

Návrh receptury směsi regranulátů pro vstřikovaný výrobek

Bc. Matěj Slováček

Diplomová práce
2018



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2017/2018

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE (PROJEKTU, UMĚleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Matěj Slováček**

Osobní číslo: **T16219**

Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**

Studijní obor: **Řízení jakosti**

Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Návrh receptury směsi regranulátů pro vstřikovaný výrobek**

Zásady pro vypracování:

- 1. Vypracujte literární rešerši na dané téma**
- 2. Navrhněte složení směsí pro zadaný výrobek**
- 3. Proveděte fyzikálně-mechanické zkoušky navržených směsí**
- 4. Proveděte hodnocení naměřených dat**

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. DUCHÁČEK, Vratislav. Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2006. ISBN 80-708-0617-6.
2. ZEMAN, Lubomír. Vstřikování plastů: úvod do vstřikování termoplastů. Praha: BEN – technická literatura, 2009. ISBN 978-80-7300-250-3.
3. dále dle doporučení vedoucího diplomové práce

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Martin Řezníček, Ph.D.

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

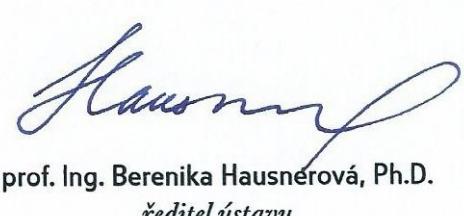
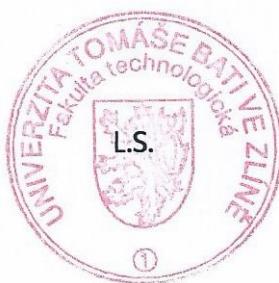
2. ledna 2018

Termín odevzdání diplomové práce: **18. května 2018**

Ve Zlíně dne 5. února 2018



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.
děkan



prof. Ing. Berenika Hausnérová, Ph.D.
ředitel ústavu

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Teoretická část práce popisuje stručný úvod do problematiky recyklace plastů a jejich zpracování metodou vstřikovaní. V praktické části je popsán soubor testů podle platných norem a interních standardů firmy. Pro účely práce byly k dispozici druhotné suroviny (recykláty). Provedena je základní klasifikace těchto materiálů dle vybraných zkoušek. Sledovanými vlastnostmi jsou hodnoty vrubové houževnatosti, modulu pružnosti, pevnosti na mezi kluzu a poměrného prodloužení na mezi kluzu. Pro účely testování jsou z použitých materiálů a navržených směsi zhotoveny zkušební tělíska standardních rozměrů. Dle požadovaných kritérií je zvolena vyhovující směs, která je následně využita k výrobě vstřikovaného výrobku. Snahou je nalézt další uplatnění recyklovaného materiálu.

Klíčová slova: Technologie vstřikování, recyklace, polymery, příprava směsí

ABSTRACT

Thesis describes brief introduction to plastic recycling and their processing by injection molding method. There is set of tests in accordance with valid standards, internal norms and regulations of the company in practical part. Recycled materials have been available for thesis purpose. A basic classification of these materials is carried out according to selected tests. The observed properties are notched toughness, modulus of elasticity, yield strength, and relative elongation at yield. For these purposes, test pieces of standard dimensions are made from the used materials and from prepared mixtures. According prescribed criteria compliant blend is selected which is subsequently used to produce the injected product hereafter. The aim is to find further use of recycled material.

Keywords: Injection molding, recycling, polymers, preparation of mixtures

Rád bych tímto poděkoval vedoucímu diplomové práce, panu Ing. Řezníčkovi, Ph.D. za odborné vedení, věcné připomínky, otevřený přístup a trpělivost, kterou mi při jejím plnění věnoval. Dále bych také rád poděkoval své rodině a přítelkyni za trpělivost a podporu při studiích.

„Tím větší budou tvé zásluhy, čím více lásky a nadšení vkládáš do každé práce.“

(Otto František Babler)

Prohlašuji, že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

OBSAH

ÚVOD.....	10
I TEORETICKÁ ČÁST.....	11
1 VSTŘIKOVÁNÍ POLYMERŮ.....	12
1.1 POLYOLEFINY.....	13
1.1.1 Polyethylen PE	13
1.1.2 Polypropylen PP	14
1.2 HLVNÍ FÁZE VSTŘIKOVÁNÍ A JEJICH VLIV NA KVALITU.....	15
1.2.1 Dávkování materiálu – plastikace	16
1.2.2 Vstřikovací fáze	17
1.2.3 Fáze dotlaku	18
1.2.4 Fáze ochlazování	19
1.3 VADY A JEJICH ODSTRANĚNÍ	19
2 POLYMERNÍ SMĚSI.....	21
2.1 PLASTIKACE POLYMERŮ	21
2.2 PŘÍSADY DO POLYMERŮ	22
2.3 PLNIVA.....	25
2.4 MÍCHÁNÍ POLYMERNÍCH SMĚSÍ	26
2.5 KONDICIONACE TERMOPLASTŮ	28
2.6 SUŠENÍ TERMOPLASTŮ	29
2.7 SUŠÁRNY GRANULÁTŮ	32
2.8 MĚŘENÍ OBSAHU VLHKOSTI.....	33
3 RECYKLACE TERMOPLASTŮ.....	35
3.1 RECYKLÁTY – DRUHOTNÉ MATERIÁLY	35
3.2 ZÁKLADNÍ METODY RECYKLACE	36
3.2.1 Materiálová recyklace	37
3.2.2 Chemická recyklace	38
3.2.3 Energetická recyklace	38
3.3 GRANULACE	39
4 HODNOCENÍ POLYMERNÍCH MATERIÁLŮ	40
4.1 TAHOVÁ ZKOUŠKA	40
4.2 CHARPYHO KLADIVO.....	42
II PRAKTICKÁ ČÁST	43
5 STANOVENÍ CÍLŮ	44
6 METODY ZPRACOVÁNÍ	45

6.1	Požadovaná kritéria	45
6.2	Použité materiály	46
6.3	Kondicionování surovin	47
6.4	Stanovení obsahu těžkých kovů – XRF	47
6.5	Příprava zkusebních těles	48
6.6	Vrubovací zařízení	50
6.7	Měřicí zařízení	51
6.8	Ověření plnění materiálu	53
6.9	Hustota materiálů	54
6.10	Zkouška vrubové houževnatosti	55
6.11	Tahová zkouška	56
6.12	Stanovení ITT – plastometr	57
7	Zpracování dat	58
7.1	Vyhodnocení naměřených dat	58
7.2	Receptury směsí regranulátů	63
7.3	Výsledky testů navržených směsí	64
8	Použití zvolené receptury směsi při výrobě	69
8.1	Ověření splnění požadavků	69
8.2	Zhotovený výrobek	70
8.3	DSC – struktura	71
Závěr	73	
Seznam použité literatury	74	
Seznam použitých symbolů a zkratек	77	
Seznam obrázků	79	
Seznam tabulek	81	
Seznam příloh	82	

ÚVOD

Velký rozvoj výroby a uplatnění polymerních materiálů započal již ve čtyřicátných letech minulého století. Během několika dalších desetiletí plasty a jejich zpracování zaznamenaly velký rozvoj. V dnešní době jsou polymerní materiály součástí každodenního života a v některých případech je jejich uplatnění nenahraditelné.

Polymery jsou zpracovávány nejrůznějšími technologiemi. Mezi nejrozšířenější patří technologie vstřikování. Ta přináší možnost výroby přesných a složitých (tenkostěnných) výrobků bez nutnosti dalšího opracování. Celý vstřikovací cyklus je poměrně rychlý a je možné jej zcela zautomatizovat.

Klady těchto materiálů jsou vyváženy několika záporami. Jedním z celosvětově významných problémů je otázka polymerních odpadů a jejich zpracování. V celosvětovém měřítku dochází k produkci velkého množství těchto odpadů. Proto je čím dál více aktuální snaha nalezení možností dalšího zpracování a uplatnění těchto druhotních polymerních surovin. Počet firem vynakládajících snahu na alespoň částečné zpracování těchto materiálů stále roste. Ve většině případů je kladen důraz na stanovení možností případné recyklace ještě před samotnou výrobou nových výrobků.

Zde používané materiály spadají do skupiny klasických i konstrukčních plastů. Polypropylén a polyetylén je uplatňován v širokém spektru aplikací. Velkou výhodou jsou dobré mechanické vlastnosti za přijatelné náklady na výrobu těchto materiálů. Přes zvyšující se zpracování druhotních materiálů rostou i nároky na takto zhotovené výrobky. Nejen na požadované vykazované vlastnosti, ale také na zpracování, vzhled, způsoby další recyklace a další.

Práce se zabývá možností uplatnění druhotních surovin při výrobě plnohodnotných vstřikovaných výrobků. Předepsány jsou požadavky na materiál výsledného vstřikovaného výrobku. Druhotné suroviny samostatně nemusejí stanovené hodnoty splňovat. Vlastnosti lze upravit jejich kombinací. Snahou je nalézt vyhovující recepcitu zhotovenou pomocí dostupných interních a dodávaných materiálů. Sledovanými vlastnostmi je vrubová houževnatost, modul pružnosti, pevnost na mezi kluzu a poměrné prodloužení na mezi kluzu. Na základě provedených zkoušek fyzikálně mechanických vlastností je zvolena výsledná směs, která je podrobena výrobní zkoušce, podrobnějšímu zhodnocení materiálu a následně doporučena k výrobě.

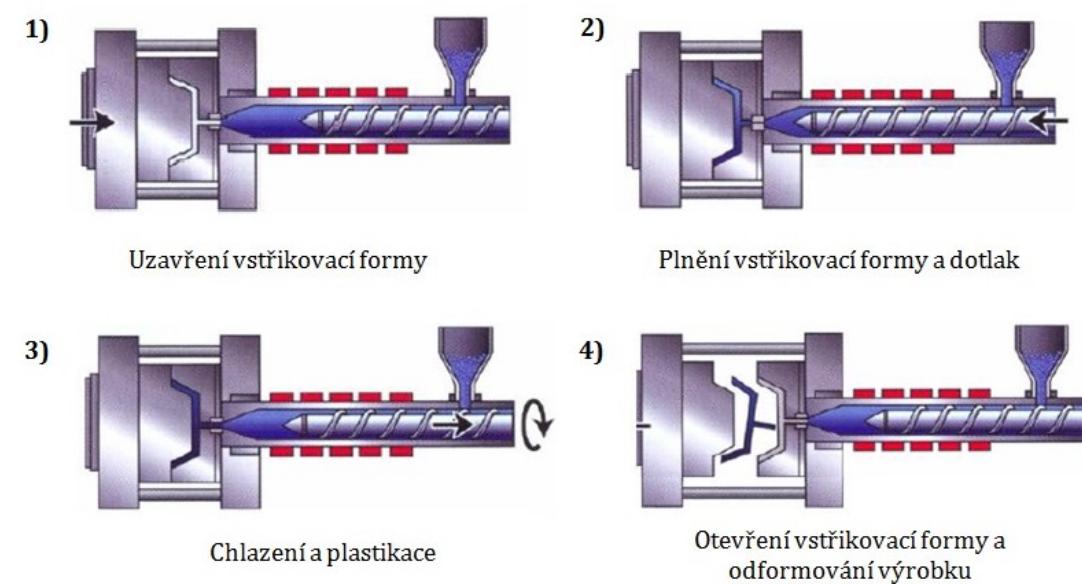
I. TEORETICKÁ ČÁST

1 VSTŘIKOVÁNÍ POLYMERŮ

Technologie vstřikování patří mezi nejrozšířenější způsoby výroby dílců zhotovených z polymerních materiálů. Tento výrobní cyklus je poměrně složitým fyzikálním procesem. Jedná se o tepelně mechanický proces, na kterém se podílí materiál, vstřikovací stroj a forma. Z počátku se pro vstřikování používaly materiály zcela nevhodné, ale díky rozvíjení této technologie a materiálového inženýrství se využívají nové a vhodnější materiály určené k výrobě dílců pomocí technologie vstřikování. Vývoj a zlepšování principu vstřikování přineslo některé z nových typů vstřikování. Příkladem může být vícekomponentní vstřikování či vstřikování za podpory vody a vzduchu (WIT, GIT, GIM).

Průběh vstřikovacího cyklu je znázorněn na Obr. 1. Celý cyklus je založen na vstříknutí taveniny polymeru do dutiny formy (ta je negativem výsledného tvaru dílce), která je intenzivně chlazena při zpracování termoplastů, a naopak vyhřívána při použití kaučukových směsí. Po dostatečném ochlazení (resp. po zvulkanizování) dojde k otevření formy, následně je výrobek vyjmut manuálně či pomocí vyhazovacího systému a stroj je poté připraven k dalšímu cyklu. Pro výrobu kvalitních výrobků je nezbytné přesné dodržování jednotlivých podmínek a kroků cyklu.

Vstřikované díly se používají ve velké míře především v automobilovém a spotřebním průmyslu, dále v medicíně nebo i v elektronice a elektrotechnice. Velkým odvětvím je také oblast obalových výrobků.



Obr. 1 Schéma vstřikovacího cyklu [2]

Elastomerní směsi jsou namáhány při vstříkování vyšší teplotou, tlakem i smykovým napětím (ve srovnání s lisováním nebo přetlačováním). Produktivita je nejvyšší v případě, kdy je směs vstříkována za teplot blízkých teplotě vulkanizace, a to do dutiny formy s vyšší teplotou. Tyto podmínky minimalizují nutný čas na vstříkování i vulkanizaci. [1,2,3]

1.1 Polyolefiny

Materiály nazývané polyolefiny jsou skupinou polymerních materiálů, které vznikají polymerací uhlíku a vodíku, tzv. olefinů obsahujících v molekulách jednu dvojnou vazbu. Jedná se o materiály částečně krystalické. Obecně mají dobrou chemickou odolnost a nevykazují toxicitu. Vyznačují se dobrými mechanickými vlastnostmi a snadnou zpracovatelností. Mezi polyolefiny patří termoplasty i kaučuky. Patří sem také často využívaný polyetylen a polypropylen (PE, PP). Známějším syntetickým kaučukem z této skupiny je polyisobutylen (PIB). Jedná se o největší skupinu synteticky vyráběných polymerů. Častému využití napomáhá také nízká cena výroby. [2,5,6]

1.1.1 Polyethylen PE

Jedná se o semikrystalický termoplast s vlastnostmi značně závislými na molekulové struktuře. Tato struktura závisí na způsobu výroby polyetylenu. Ovlivňujícími faktory je tvar makromolekul, jejich délka a prostorové uspořádání, mimo jiné i stupeň krystalinity (Tab. 1). Mezi základní typy (dle tvaru makromolekul) spadá lineární, vysokohustotní polyetylen (PE-HD) a také rozvětvený, nízkohustotní polyetylen (PE-LD). Mimo zmíněné typy se můžeme setkat s řadou dalších modifikací. Mezi ně patří např. zesíťovaný polyetylen (PE-X) nebo polyetylen s maximální molekulovou hmotností (PE-UHMW). PE-X ztrácí svůj termoplastický charakter a vykazuje spíše elastomerní chování.

Tab. 1 Základní vlastnosti vybraných typů polyetylenu [5]

Polyethylen	Zkratka	Stupeň krystalinity [%]	Hustota [g/cm ³]	Teplota tání [°C]	Modul pružnosti [MPa]	Mez pevnosti [MPa]
Vysokohustotní polyethylen	PE-HD	65 ÷ 90	0,940÷0,960	130÷135	700÷1400	18 ÷ 35
Nízkohustotní polyethylen	PE-LD	50 ÷ 70	0,914÷0,928	105÷115	200÷500	8 ÷ 23

Polyetylen je nepolárním (není nasákavý) materiélem, který vykazuje značné elektroizolační vlastnosti. Za běžných podmínek odolává působení polárních rozpouštědel, vody, některým kyselinám, zásadám a solím. Hustota materiálu je nižší než hustota vody. Materiál je špatně otěruvzdorný a jeho pevnostní charakteristika je nejnižší z běžně používaných termoplastů. Z toho důvodu se nepoužívá tento materiál pro konstrukční aplikace. Teplota skelného přechodu se nachází hluboko pod bodem mrazu ($T_g = -120^\circ\text{C}$). Díky tomu vykazuje polyetylen značný creep. Odolnost proti dynamickému namáhání je velmi dobrá, a to nejen za běžných teplot, ale i za snížených. Je zde ale nízká odolnost proti vzniku napěťových trhlin. Výrobky z polyetylenu, které nejsou mechanicky namáhány, vykazují tvarovou stálost do 75°C (vzhledem k nízké teplotě tání). Materiál snáší několik recyklačních cyklů bez výrazného snížení vykazovaných mechanických a fyzikálních vlastností.

Mezi nejčastější aplikace polyetylenu patří oblast obalových materiálů např. ve formě nejrůznějších fólií, tašek, lahví, nádob, přepravek. Také je využíván při výrobě potrubí, chrániček pro elektrické instalace, ale i pro nádrže a kanystry. [2,4,5]

1.1.2 Polypropylen PP

Jedná se o semikrystalický termoplast s vlastnostmi značně závislými na indexu izotacticity. Základní vlastnosti v závislosti na uspořádání substituentů v makromolekule jsou znázorněny v Tab. 2. Obchodní produkty vyrobené z polypropylenu vždy obsahují určitý podíl ataktické složky. Takovéto materiály mají z pravidla nižší teplotu tání ve srovnání s čistým (izotaktickým) polypropylenem. Její hodnota se pohybuje okolo 170°C .

Tab. 2 Vlastnosti v závislosti na prostorovém uspořádání [5]

Polypropylen	Hustota [g/cm ³]	Teplota tání [°C]	Mez pevnosti [MPa]	Rozpustnost v uhlovodících při 23 °C
Izotaktický (čistý)	$0,905 + 0,920$	176	vysoká	nerozpustný
Syndiotaktický	$0,890 + 0,910$	135	střední	středně rozpustný
Ataktický (kašovitý stav)	$0,850 + 0,900$	nemá	velmi nízká	snadno rozpustný

Typické vlastnosti komerčního polypropylenu se velmi blíží vlastnostem, které vykazuje vysokohustotní polyetylen (viz Tab. 3). Obdobně jako je tomu u polyetylenu, je polypropylen nepolárním materiélem. Odolává tedy polárním rozpouštědlům, zásadám, některým kyselinám a solím. Odolnost je značně vyšší než u polyetylenu, a to

zejména za zvýšených teplot. Naopak má materiál nižší hustotu a menší odolnost proti nízkým teplotám. To je způsobeno teplotou skelného přechodu, jejíž hodnota je u polypropylenu přibližně $T_g = -15^{\circ}\text{C}$. Na druhou stranu má vyšší pevnost, tvrdost, otěruvzdornost a tuhost.

Tab. 3 Typické vlastnosti polypropylenu [5]

Polypropylen	Stupeň krystalinity [%]	Hustota [g/cm ³]	Teplota tání [°C]	Modul pružnosti [MPa]	Mez pevnosti [MPa]
Izotaktický	60 + 70	0,905 + 0,920	160 + 176	1100 + 1500	34 + 38

Důležitou výhodu je lepší tvarová stálost za zvýšených teplot u výrobků z polypropylenu, a to dlouhodobě až 100°C (vyšší teplota tání). Zvýšená je také odolnost proti vzniku napěťových trhlin.

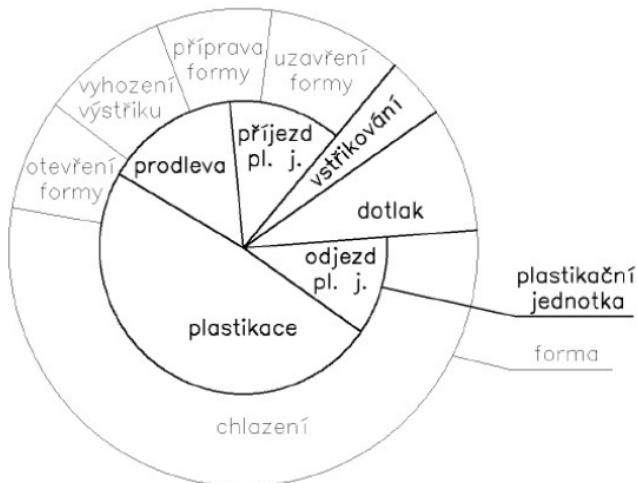
Mezi hlavní oblasti využití polypropylenu patří nejrůznější předměty spotřebního průmyslu (misky, vlákna, lahve, obalové materiály). Díky příznivé ceně, možnosti kopolymerace a lepším mechanickým vlastnostem (v porovnání s polyetylenem) se využívá na součástky v oblasti strojírenství. Polypropylen nacházíme v klimatizačních jednotkách v automobilovém průmyslu, ve výrobě vodních armatur a potrubí, reflektorů, vrtulí ventilátorů, ale i bazénů. Jeho odolnost vůči sterilizačním teplotám nachází uplatnění také při výrobě injekčních stříkaček, nebo dávkovačů léků. [4,5,6]

1.2 Hlavní fáze vstřikování a jejich vliv na kvalitu

Technologie vstřikování je diskontinuálním technologickým procesem. Celý výrobní cyklus vstřikování lze dělit na základní fáze, které na sebe navazují nebo se mohou v jisté míře překrývat. V případě stroje s jednou pohonnou skupinou jsou fáze navazovány, kdežto v případě více pohonných skupin na stroji se tyto mohou překrývat. Nezbytným předpokladem je zajištění stability cyklického procesu výroby. Prvky, které stabilitu zajišťují, jsou:

- Vstříkovací stroj a použitý materiál
- Periferie
- Parametry výrobku
- Technologické parametry
- Konstrukce a výroba formy

Opakování výrobního cyklu je prováděno s požadavkem na co největší opakovatelnost všech parametrů vstupujících do tohoto procesu. Pro konkrétní výrobek a systém vstříkování lze pracovat s množstvím variací popsaného výrobního postupu. Výrobní cyklus se dělí na následující úseky a fáze: [4,5,7]



Obr. 2 Kruhový diagram vstříkovacího cyklu

1.2.1 Dávkování materiálu – plastikace

Hlavní úlohou dávkovací fáze je připravit ze vstupní suroviny (nejčastěji granulátu) taveninu a zaručit její homogenitu. Materiál je v podobě granulí dávkován do komory (válce) vstříkovací jednotky. Působením topných pásem a disipační energie šneku dochází k plastikaci dopravovaného materiálu a následnému posouvání taveniny před čelo šneku. Šnek zároveň vykonává zpětný pohyb. Nesprávná homogenizace materiálu je viditelná na výrobku výskytem tokových čar, studených spojů, lesklých míst, vzduchových bublin a dalších.



Obr. 3 Příklad tokových čar (vlevo) a vzduchových bublin (vpravo) [5]

Technologické parametry ovlivňující proces plastikace:

- Teplota topných pásem
- Disipační ohřev
- Otáčky šneku
- Hodnota protitlaku

Teplota taveniny má prioritní vliv na způsob orientace makromolekul v materiálu (při plnění dutiny taveninou). S nárůstem teploty klesá orientace a výrobek se stává více izotropním z hlediska vlastností, dochází ke zvýšení pevnosti vzniklých studených spojů, zvyšuje se výrobní smrštění a částečně je ovlivněno i dodatečné smrštění. Výrazněji zejména u částečně krystalických materiálů. [5,7,8]

1.2.2 Vstříkovací fáze

V této fázi je rotační pohyb šneku zastaven a pomocí axiálního pohybu je homogenizovaná tavenina vstříknuta do dutiny formy vstříkovacího stroje. Je snaha co nejrychleji a rovnoměrně zaplnit dutinu formy. Užívaným pravidlem pro předcházení vad je zajištění stejné rychlosti čela taveniny ve všech místech průřezu dutiny formy stejná. Snadno aplikovatelné v případě jednoduchých výrobků s konstantní tloušťkou stěny. Plnění poté probíhá obvykle pomocí pouze jednoho vstříkovacího stupně. U složitějších výrobků s nepravidelnou tloušťkou stěn je nezbytné vstříkovací rychlosť řídit použitím několika vstříkovacích stupňů pro co nejrovnoměrnější šíření taveniny dutinou formy.

Součástí vstříkovací fáze je i doba přepnutí. Jedná se o okamžik, při kterém dochází k přechodu mezi vstříkovacím tlakem a dotlakem. K přepnutí dochází právě po zaplnění formy. Tato hodnota se liší dle použitého materiálu a složitosti výrobku. Dojde-li k předčasnemu přepnutí na dotlak, nedojde při vstříkovací fázi k úplnému zaplnění formy a na výsledném výrobku mohou vznikat propadliny. To může vést i ke komplikovanému vyjmutí hotového výrobku z formy. Při pozdním přepnutí na dotlak dochází při vstříkování ke vzniku tlakové špice. U takových výrobků vzniká větší vnitřní napětí a případná deformaci. Při výrazném překročení hodnoty přepnutí může vzniknout přetok v oblasti dělící roviny.



Obr. 4 Příklad vzniklých vad – přetoky (vlevo) a propadliny (vpravo) [10]

Vstříkovací rychlosť má vliv na tokové čáry, vrásnění povrchu, či stopy po studených spojích. Ve snaze je proto vstříkovací rychlosť i teplotu optimalizovat natolik, aby na povrchu výrobku nevznikala smyková napětí, a tím i následné povrchové vady. Obecně platí vhodnější kombinace pomalejší rychlosťi vstříkování a vyšší teploty taveniny. [1,2,4]

Technologické parametry, které mají vliv na plnění dutiny formy:

- Vstříkovací rychlosť (resp. úroveň vstříkovacího tlaku musí realizovat požadovaný profil rychlosti vstříkování)
- Teplota formy a taveniny
- Viskozita taveniny a tokové odpory ve formě
- Průběh přepnutí ze vstříkovacího tlaku na dotlak

1.2.3 Fáze dotlaku

V této fázi je hlavním úkolem kompenzovat objemové změny materiálů, ke kterým dochází vlivem krystalizace při ochlazování. Mezi parametry této fáze patří doba dotlaku, profil dotlaku a jeho úroveň. Teoretickou cestou lze určit úroveň dotlaku i jeho dobu, ale v praxi se nejvíce osvědčila metoda vážení výstříků. Metoda spočívá v nastavení parametrů vstříkování tak, abychom dosáhly plného výstřiku. Následně dochází po zhruba 0,5 s intervalech ke zvětšování doby dotlaku. U postupně vyrobených kusů je stanovena jejich hmotnost. Jakmile dojde k ustálení hmotnosti, je čas pro dotlak dostačující. Další zvyšování doby dotlaku je nežádoucí a je nevhodné jak z ekonomického hlediska, tak z hlediska kvality výstříku. [9,10]

Technologické parametry ovlivňující fázi dotlaku:

- Tlaková úroveň dotlaku (jeho průběh)
- Teplota taveniny
- Teplota formy
- Doba dotlaku

1.2.4 Fáze ochlazování

Začíná při zahájení plnění dutiny formy taveninou, která se dostává do styku s temperovanou stěnou formy. Tím dochází k ochlazování a následnému tuhnutí vstříkovaného materiálu. Fáze pokračuje i přes celou oblast dotlaku. Chlazení je ukončeno v okamžiku otevření formy, kdy je možné výrobek z formy vyjmout bez poškození. Rozlišujeme dobu ochlazování, která udává časový úsek od objemového naplnění formy až po vyhození výrobku a dobu chlazení, která zahrnuje časový úsek od skončení dotlaku po výsledné vyhození výrobku z dutiny formy.

Technologické parametry ovlivňující chlazení:

- Doba chlazení
- Teplota formy
- Teplota výrobku při vyhození (odformování)

Obecně platí, že s rostoucí teplotou formy roste i doba nutná k chlazení na požadovanou teplotu. V případě materiálů krystalických to znamená strukturně vyšší obsah krystalické fáze, větší objemové smrštění a menší dodatečné smrštění. Vyšší teplota formy má také kladný vliv na kvalitu povrchu vstříkovaného výrobku. Lze tedy říci, že z pohledu kvality výrobku je lepší delší doba chlazení. Z ekonomického hlediska je to ovšem nevhodné. [9,11]

1.3 Vady a jejich odstranění

V oblasti vstříkování termoplastů jsme neustále v kontaktu s problémy nejrůznějších druhů. Vcelku na tom nic nemění ani vysoké znalosti o vstříkováném materiálu, vstříkovacím stroji, o konstrukci a provedení formy a vlivu technologických parametrů na výsledné vlastnosti vstříkovaného výrobku. Nejčastěji se tak setkáváme se vznikem vad (nejsou shodné s požadavky na výrobek). Výrobní vady termoplastických výrobků definujeme jako defekt, kterým se od stanoveného normálu odlišuje

daný kus. Neshoda může nastat v odlišnosti požadovaného povrchu a vzhledu, v odlišných tvarech a rozměrech, případně v nevyhovujících fyzikálně-mechanických vlastnostech výrobku. Za účelem eliminace opětovného výskytu defektu je nezbytné pokusit se nalézt danou příčinu vady. Tu však není vždy možné rychle rozpoznat či analyzovat. Velký význam má fyzikální podstata příčiny vady, která je hlavním cílem analýzy. Dokážeme-li stanovit fyzikální povahu příčiny, jsou následná preventivní opatření k jejímu odstranění jednodušší.

Vzniklé vady, které mohou vzniknout při procesu vstřikování, lze stručně rozdělit do dvou základních skupin. Dělíme je na vady skryté a zjevné. Mohou se objevit také vady vlastního procesu vstřikování, nebo vady formy, které mají přímý vztah k vadám vzniklým přímo na výrobcích. Jedná se mimo jiné o netěsnost zpětného uzávěru šneku, špatný dosed trysky vstřikovací jednotky na vtokovou vložku formy, deformace výstřiku při fázi vyhození, odvzdušnění formy.

Vady zjevné je možné identifikovat již při vizuálním porovnání se schváleným referenčním výrobkem. Patří sem vady tvaru, jako jsou propadliny, vrásnění, zvlnění, zborcení, deformace, přetoky, otřepy a další. Spadají sem i vady povrchu jako jsou matná místa, spáleniny, stopy po vlhkosti, povrchové zakalení, stříbření, povrch gramofonové desky (pomerančové kůry), tokové čáry, žloutnutí nebo zhnědnutí, černé tečky nebo stopy po monomeru.

Skryté vady obvykle není možné zjistit při běžné vizuální kontrole, ale na výsledné vlastnosti daného výrobku mají výrazný vliv. Zhoršují jejich kvalitativní ukazatele. Je možné mezi ně řadit vnitřní prutí (nejvýraznější je tepelné), studené spoje, vakuové bublinky a lunkry, anizotropie fyzikálně-mechanických vlastností a další.

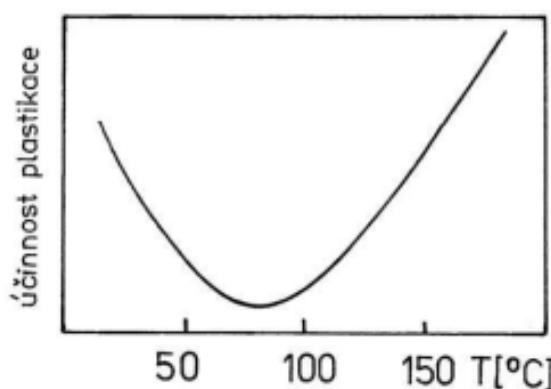
Nejjednodušší případ nastává, když je příčinou vad chyba v technologii. Vadu je poté možné odstranit pomocí změny jednoho nebo více technologických parametrů. V současnosti jsou k dispozici nejrůznější návody a postupy vedoucí ke zjištění příčiny vzniku vad a jejich následnému odstranění. Při identifikaci a odstraňování vad v praxi je velmi důležitým faktorem odborná znalost a zkušenost technologů a seřizovačů (v procesu vstřikování je běžně nutné počítat s více než 40 vadami). [9,10,11,12]

2 POLYMERNÍ SMĚSI

Polymerní směs je systém obsahující polymer a přísady. Existuje celá řada přísad, které jsou přidávány z různých důvodů. Některé napomáhají výrobku dosáhnout požadovaných vlastností, které samotný polymer není schopen splnit (jako jsou aktivní plniva, antidegradanty), další skupina přísad napomáhá snadnějšímu zpracování daného materiálu (změkčovadla, nadouvadla). Jiné zlepšují kvalitu povrchu (vzhled), nebo snižují finanční náročnost (neaktivní plniva). Při samotném zpracování polymerních směsí na stanovené výrobky dochází k celé řadě operací. Slouží jak k přípravě směsí (plastikace), tak ke zvýšení produktivity vlastního zpracování (tabletování, granulace). Další jsou konečnou fází zpracování (želatinace). [4,13]

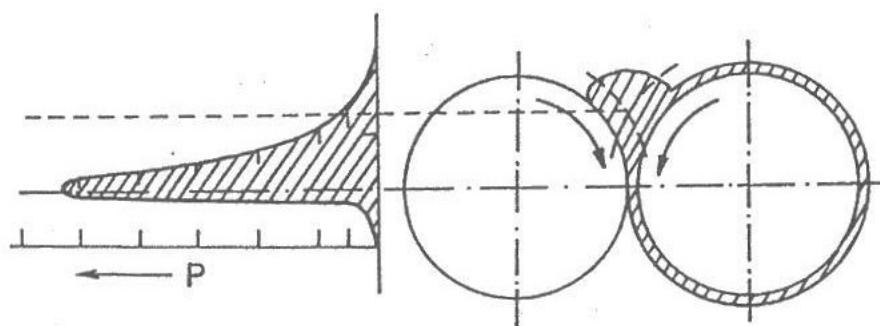
2.1 Plastikace polymerů

Pojem plastikace v oboru zpracování polymerů není jednoznačný. V případě zpracování kaučuků označuje pojmem plastikace uvedení kaučuků do stavu, ze kterého je možno připravit kaučukovou směs. Podstatou jejich plastikace je snížení střední molekulové hmotnosti (odbourání nebo lámání kaučuku). Nežádoucím následkem je snížení tuhosti. Kaučuk plastikujeme na válcových strojích za intenzivního chlazení (pro odvod vzniklého tepla), nebo v hnětacích strojích za zvýšené teploty ($140\text{ }^{\circ}\text{C}$ i více). V obou případech dochází k účinné plastikaci, zatímco jak ukazuje obr.4, v oblasti $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ dochází k velmi slabé plastikaci. Kaučukové směsi se za takových teplot snažíme míchat ve chvíli, kdy je další odbourávání (lámání) kaučuku nežádoucí. Docházelo by tak ke zhoršování mechanických vlastností pryže. Principem plastikace kaučuků je rozštěpení jejich makromolekul dodanou energií. Makroradikály, vzniklé štěpením, jsou zakončovány vzdušným kyslíkem, či plastikačními činidly.



Obr. 5 Závislost účinnosti plastikace na teplotě [5]

V případě plastových hmot je pod pojmem plastikace myšleno roztavení a prohnětení materiálu a jeho následná homogenizace. To především z toho důvodu, aby v materiálu nevznikala místa s různými vlastnostmi (hustota, vnitřní pnutí). Plastikují se především termoplastické polymery, a to zejména na válcových nebo šnekových hnětacích strojích. [5,13,14]



Obr. 6 Schéma dvouválce se znázorněným průběhem tlaku [13]

2.2 Přísady do polymerů

Čisté polymerní materiály se v průmyslu používají velmi zřídka. Častěji se používají polymerní směsi obsahující nejrůznější přísady. Materiál díky nim získá požadované užitné vlastnosti, zlepší zpracovatelnost, nebo dokáže snížit ekonomickou náročnost. Základní vlastnosti jsou ale určeny typem polymerního materiálu. Můžeme tak vlastnosti zlepšit nebo upravit, zvýšit jejich odolnost, snížit cenu, či je chránit proti degradačním procesům. Velmi přínosné je odstranění nedostatků polymerů, jako jsou hořlavost, nízká odolnost vysokým teplotám, nízká tvrdost a houževnatost, nevhodné optické vlastnosti nebo slabá odolnost vůči chemikáliím.

Tepelné stabilizátory jsou látky, které mají za úkol zpomalit degradační procesy a zlepšit tak odolnost materiálu proti vysokým teplotám, kterým jsou polymery při zpracování vystavovány. Degradace polymerů, způsobená vysokou teplotou, se projevuje zhoršením některých vlastností, ale také vzhledu. V materiálu probíhá oxidace vzdušným kyslíkem, síťování (např. u PE), štěpení makromolekul (častý případ pro PP) nebo dehydrochlorace (typické pro PVC, kdy dochází k odštěpování chlorovodíku z řetězce). Správnou kombinací několika stabilizátorů je možno dosáhnout většího stabilizačního účinku, než kterého dosáhneme sečtením účinků samotných. Platí zde synergismus. Na druhou stranu při nevhodné kombinaci lze získat horší

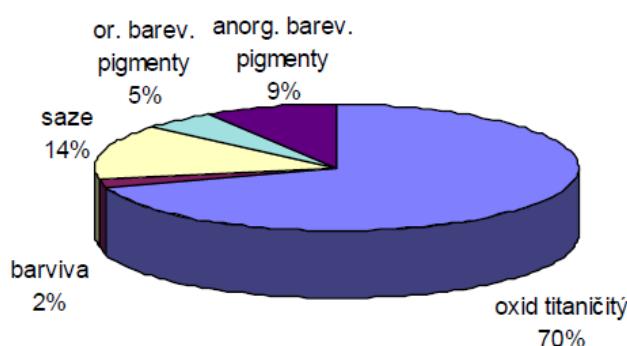
stabilizační účinek oproti součtu jednotlivých složek. V tomto případě mluvíme o antagonismu. S těmito jevy se můžeme setkat i u jiných typů přísad.

Maziva jsou přísady sloužící k usnadnění zpracování daného polymeru. Dochází zde také ke zlepšení dalších vlastností, jako je vzhled, tepelná a světelná stabilita či odolnost proti povětrnostním podmínekám. Maziva s vnějším účinkem jsou látky málo rozpustné v polymeru. Díky tomu vystupují na povrch, kde vytváří vrstvu, která usnadní např. vyjmutí výrobku z dutiny formy. Maziva s vnitřním účinkem jsou v polymeru dobře rozpustná. Dochází tak ke snížení viskozity taveniny, což usnadňuje jejich zpracovatelnost. Maziva v různých mísách většinou zajišťují obě funkce.

Antidegradanty nazýváme skupinu přísad, které slouží k ochraně materiálu před vlivy okolí. Zde mluvíme především o účinku slunečního záření, vzdušného kyslíku (případně ozonu) a tepelné energie. Ochranný faktor je využíván především po dobu zpracovávání materiálu. V případě potřeby dosažení vyšší odolnosti z dlouhodobějšího hlediska je zapotřebí volit materiál, který je odolnější.

Světelné stabilizátory jsou skupina přísad zpomalující degradaci v důsledku působení slunečního záření. Ochrana spočívá v přidání UV stabilizační přísady, která zabrání působení UV záření. Stabilizátor může záření absorbovat a přeměnit je na tepelnou energii nebo na záření pro polymer méně škodlivé. V jiném případě UV stabilizátor záření vůbec nepropustí (saze).

Zjasňující látky (opticky) slouží k pohlcení části energie UV záření, kterou následně vyzařují ve formě fluorescence. Jedná se o záření o větších vlnových délkách. Vzniká tak dojem, že je sledovaný odstín na denním světle mnohem jasnější. Velké uplatnění nacházejí zejména při dobarvování modrých, fialových nebo růžových odstínů.



Obr. 7 Nejčastěji používané pigmenty k dobarvování plastů [17]

Barviva umožňují dosáhnout u materiálu požadovaného odstínu. Zpravidla se jedná o anorganické či organické pigmenty.

Velkou výhodou organických barviv je skutečnost, že je zachována průhlednost samotného materiálu (Obr. 8), a to díky schopnosti rozpustit se v polymeru. Vhodný pigment musí odolávat vysokým zpracovatelským teplotám. K dispozici je velká škála nejrůznějších barviv obojího původu.



Obr. 8 Průhlednost po použití organických barviv [15]

Nadouvaná se přidávají do polymerních směsí za účelem přípravy lehčených hmot. Takové látky se při zahřátí na zpracovatelskou teplotu rozkládají a uvolňují plyny, které tvoří v materiálu dutiny (póry). Uvolňovaným plynem je nejčastěji dusík nebo oxid uhličitý.



Obr. 9 Zátka vyráběná pomocí nadouvaného materiálu [17]

Změkčovadla slouží ke zlepšení ohebnosti, rázové houževnatosti a viskozity taveniny. Poskytují polymerům vláčnost (z toho důvodu někdy používán termín

zvláčňovadla). Dochází zde ale ke snížení některých vlastností jako je pevnost. Jedná se o organické kapaliny s vysokým bodem varu. Princip zmékčovadla spočívá ve zvýšení vnitřního pohybu makromolekul, jejich oddálení od sebe a tím i následný pokles mezimolekulárních sil.

Retardéry hoření jsou látky, které ovlivňují hořlavost materiálu. Svou podstatou zpomalují proces hoření.

Mezi přísady lze dále řadit také *tvrdidla*, *iniciátory* reakcí a *urychlovače*, které ovlivňují účinek tvrdidla a následně rychlosť vytvrzení. Nejvýznamnější částí jsou *plniva*, která zajišťují nejrůznější funkce. Svým složením, strukturou, chemickým a fyzikálním charakterem se podstatně liší od vlastností polymerů. Ty zde zastávají převážně funkci pojiva (matrice). [5,15,16,17]

2.3 Plniva

Plniva jsou velmi důležité látky, kterými jsou ovlivňovány vlastnosti směsi nebo výrobků. Vlastnosti je možné upravovat v širokých mezích pomocí volby kvality a kvantity daného plniva. Jedná se většinou o látky používané ve formě krátkých vláken (uhlíkových, skleněných, kovových, minerálních) nebo prášků (kaolín, křída, břidlice). Kvůli vysoké prašnosti se stále častěji využívá granulování práškových plniv. Nejčastěji se plniva přidávají do materiálu za účelem zlepšení některé z mechanických vlastností materiálu. Může se jednat o zvyšování jeho pevnosti, odolnosti vůči oděru, tuhosti nebo houževnatosti. Lze docílit zlepšení odolnosti vůči ohni a teplu, korozi, stárnutí, ale i ceny výsledného materiálu.

Z termoplastů se nejčastěji plní právě polyolefiny (PP, PE), zřídka kdy výrobky z PVC nebo polyamidu. Využívá se ve velké míře vláknitých plniv. Z částicových plniv se setkáme u termoplastu především s přísadami na základě uhličitanu vápenatého (vápenec), křemičitanu hořečnatého (talek neboli mastek) nebo slídy. Velkou výhodou je nižší cena výsledného dílu a menší smrštění dílu po výrobě. V případě plněných polymerů je nezbytné, aby byla zajištěna dostatečná přilnavost plniva k polymeru. V případě nedostatečné přilnavosti může dojít i ke zhoršení užitných vlastností. Pro tyto účely se využívají adhezní prostředky. Tyto prostředky přidáváme přímo do polymerní směsi, nebo je jimi zvolené pojivo možné naimpregnovat (napustit).

Uhličitan vápenatý je zastoupen ve velké míře u termoplastů. Hlavními přednostmi je nízká cena, zdravotní nezávadnost a snadné smísení s polymerem. Nezvyšuje ovšem výrazně mechanické vlastnosti. Běžně jsou materiály plněny vápencem do 60 %. Talek (Obr. 10) je nejběžněji používán pro polypropylen. Má podíl na zvýšení krystalizace, chemické i tepelné odolnosti, rozměrové stability a pevnosti plněného materiálu. S obsahem talku rostou základní mechanické charakteristiky polymeru. Nejčastěji se setkáváme s plněním do obsahu 20 %, ale je možné plnění i k hranici 50 %. Slída (kaolín) je plnivo, které zlepšuje pevnost polymeru a jeho tvrdost. Dochází ke zvýšení odolnosti proti poškrábání a snížení výsledné deformace výrobku. Jedná se o minerální látku, kterou je materiál obvykle plněn na 20 % až 80 %. [15,16,17]



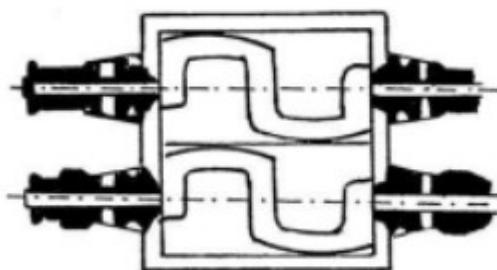
Obr. 10 Přírodní uhličitan vápenatý a talek [16]

2.4 Míchání polymerních směsí

Žádný problém s mícháním nenastává v případě výroby polymerů polyreakcemi. V dalších případech je míchání založeno na principu smíchání polymeru a jednotlivých přísad. Míchat lze polymery všech stavů, jak taveniny, kapaliny, prášky tak i granule a další. Při procesu míchání dochází ke kombinaci minimálně dvou složek v prostoru míchacího zařízení, kde je docíleno požadované homogenizaci jednotlivých složek. Konečného stupně homogeneity nemusí být z pravidla dosaženo ve fází míchání, ale je možné ho dosáhnout až následnou technologickou operací, jako je vstřikování, vytlačování nebo válcování.

Základním důvodem k míchání je snaha rovnoměrného rozptýlení přísad v základním polymerním materiálu. Vhodné je, když se při míchání uplatňují velké snykové síly, proces je uskutečněn v malém objemu a nedochází ke vzniku mrtvých míst v míchacím prostoru (malá účinnost míchání).

Míchání lze dělit na několik skupin. Podle skupenství hmoty na suché a kapalné, podle odporu míchání (míchání s malým a velkým odporem proti posunutí), nebo dle spotřeby energie. Nejmenší spotřeby energie je dosahováno při zpracování sypkých hmot, roztoků, latexových směsí a past. V těchto případech se pohybujeme v oblasti jednotek až desítek $\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$. Pro sypké hmoty se využívá bubnových nebo sudových míchacích zařízení, kde se nádoba na míchání otáčí kolem své osy (ta není rovnoběžná s těžnicí). Dvouramenné míchačky jsou využívány k přípravě nátěrových hmot nebo lepidel (kapalných směsí s nízkou viskozitou). Nejčastěji jsou míchadla tvaru písmene S (Obr. 11), kdy se přední rameno otáčí 1,5 až 2krát rychleji než rameno zadní. Nádoba bývá vybavena možností ohřevu či chlazení.



Obr. 11 Schéma dvouramenné míchačky [5]

Pro míchání viskózních kapalin využíváme planetových míchaček (Obr. 12). Ramena jsou opatřena lopatkami, které se pohybují okolo stěn nádoby, a přitom dochází k jejich otáčení kolem své osy. V případě vysoce viskózních hmot musí být zařízení k míchání výkonnější a musí vykazovat větší třecí účinnost. K takovým zařízením patří např. válcové míchací zařízení. Spotřeba energie v těchto případech činí přibližně $100 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$. Princip hnětení na dvouválcovém míchacím zařízení ukazuje Obr. 6. Válce jsou zpravidla vyhřívány (pouze v případě kaučuků jsou chlazené) a mají různou rychlosť otáčení, a to v poměru od 1,0: 1,1 až do 1,0: 1,3.

Homogenizace a míchání polymerních směsi na recyklační lince je docíleno ve šnekovém zařízení. Výhodou je snadnější zpracování a obdobné vlastnosti ve všech místech materiálu. Jako nevýhoda se jeví teplotní zatížení, kterému je materiál vystaven při procesu recyklace. [4,5,13]



Obr. 12 Planetová míchačka [13]

2.5 Kondicionace termoplastů

Velký vliv na vlastnosti polymerů, oproti jiným materiálům (sklo, kovy, keramika), mají především okolní vlivy. Proto může dojít k ovlivnění zkoušky vlivem teploty a relativní vlhkosti. Rozlišujeme tři základní fáze, kdy může dojít k ovlivnění výsledku okolními vlivy. Jedná se o podmínky (způsob) skladování, podmínky kondicionace a podmínky samotného průběhu zkoušky. Skladováním se rozumí doba od výroby až po proces zkoušení. Kondicionace je fází zkoušky, kdy jsou přizpůsobeny vnější podmínky. Dochází ke shodě s podmínkami předepsanými pro samotnou zkoušku. Tato příprava zkušebních těles před samotnou zkouškou je velmi důležitou částí příprav pro ustálení vlastnosti testovaného materiálu a možnost opakovatelnosti jednotlivých zkoušek. Čas nutný pro kondicionaci polymerů se velmi liší dle druhu materiálu a typu prováděné zkoušky. Skutečností je, že například měkčené PVC (polyvinylchlorid) mění své vlastnosti bezprostředně po zpracování. Oproti tomu krystalické polymerní materiály dosahují rovnovážného stavu v delším čase. Hydroskopické materiály (celulóza, polyamidy) musí dosáhnout také rovnovážného obsahu vlhkosti. Všeobecně vzato, proces změn vlastností bezprostředně po přípravě vzorku má exponenciální charakter. Nejkritičtější jsou první hodiny ustalování.

Je tedy zřejmé, že není možné hned po zpracování materiálu uskutečnit měření. Je zde ale riziko dalšího extrému. Nezbytné je, aby zkušební tělesa nebyla odložena až příliš dlouho. Čím déle materiál necháme uskladněný, tím větší je pravděpodobnost ovlivnění materiálových vlastností vlivem vlastní degradace (světelné, tepelné, oxidační). Z těchto důvodu je u většiny norem předepsaná přesná doba kondicionace

jednotlivých materiálů v podmírkách běžné atmosféry, a to pro každou zkoušku. Norma ISO 558 (Aklimatizace a zkoušení – standardní prostředí, definice) a ISO 554 (Standardní prostředí pro aklimatizaci a/nebo zkoušení-specifikace) jsou normy pojednávající o pojmech atmosféra, atmosféra na kondicionaci a podmínky atmosféry během zkoušky. Normou stanovené podmínky jsou teplota +23 °C a relativní vlhkost 50 %, které jsou zapisovány v následujícím formátu XX/23/50 (kdy první hodnota je doba kondicionace, druhá hodnota je teplota prostředí a třetí hodnotou je relativní vlhkost). Pro oblasti tropických krajin jsou hodnoty určeny na +27 °C a 65 % relativní vlhkosti (XX/27/65). V obou případech při tlaku 86-106 kPa. Tolerance povolené normou jsou pro hodnotu teploty stanoveny ± 2 °C a pro hodnotu vlhkosti ± 5 %. Doba kondicionace je individuální dle materiálu, v některých případech dochází k ustálení hodnot mezi materiélem a prostředím za extrémně dlouho časy. V takových případech je nezbytné provést urychlenou kondicionaci, kdy jsou vyšší hodnoty teploty a relativní vlhkosti. [18,19,20,27]

2.6 Sušení termoplastů

Mezi hlavní požadavky na jakost termoplastů (určených ke vstříkování) je stanovení obsahu vlhkosti. Některé plasty jsou navlhavé (hydroskopické) a před samotným zpracováním je nezbytné je sušit. Je zapotřebí zbavit materiál absorbované vlhkosti, neboť velký obsah vlhkosti v materiu vede ke zhoršování kvality povrchu vyrobených dílů. Dochází také k poklesu mechanických vlastností u materiálů, kde voda způsobuje štěpení makromolekul. Případů, kdy materiál přijde do styku s vodou (vlhkostí), je celá řada. Jedním z příkladů mohou být suspenzní nebo emulzní polymerace, špatný způsob skladování, či chlazení profilů vodou při granulaci hmoty. Z pravidla není nutné sušit neplněné polyolefiny, ale plněné typy ano.

Tab. 4 Hodnoty obsahu vlhkosti v závislosti na ročním období [13]

Vzduch	Teplota vzduchu [°C]	Relativní vlhkost vzduchu [%]	Obsah vlhkosti vzduchu [g/m ³]
Vlhký letní	25	80	19,00
Normální letní	25	60	14,00
Jaro/podzim	10	70	6,70
Zima	0	80	3,90

Zpravidla se stanovuje u vybraných materiálů vstupní kontrola obsahu vlhkosti před vstřikováním a také kontrola účinnosti procesu sušení. Z materiálového listu od výrobce jsme schopni určit maximální povolený obsah vlhkosti v granulátu. Následně po vysušení je možné zpracovávat materiál technologií vstřikováním.

Jedním z faktorů, ovlivňujících obsah vlhkosti v materiálech, je typ obalu, ve kterém je materiál dodáván. Z velké části se jedná o PE pytle, několikavrstvé papírové pytle, octabiny, obaly s nepropustnou vrstvou proti vlhkosti, žoky, cisterny a další. Obsah vody v materiálu je potom závislý na relativní vlhkosti prostředí a teplotě, v němž je materiál uskladněn. Zde je nutné vyvarovat se teplotních změn. Nejčastěji při přechodu z chladnějšího skladu do teplejší místnosti se vstřikovacím strojem. Obvykle při tomto kroku dochází na granulátu k vysrážení povrchové vlhkosti. Je nezbytné tuto vlhkost odstranit ještě před samotným zpracováním. Mezi další faktory patří velikosti granulí a jejich tvar. Mnohem rychleji navlhá materiál v práškové podobě, než granulát ve tvaru čoček nebo válečků. Některé materiály jsou od výrobce dodávány již ve vysušené formě, za pomoci hermeticky uzavřených obalů. Za předpokladu neporušenosti obalu je v těchto případech možné okamžité zpracování materiálu. V případě nezpracování všeho materiálu v krátkém čase je nezbytné brát tento materiál stejně jako materiál nevysušený a před dalším zpracováním opět sušit. Pro materiály citlivé na obsah vlhkosti je nezbytné, aby byl granulát v nevyhřívané násypce co nejkratší čas.

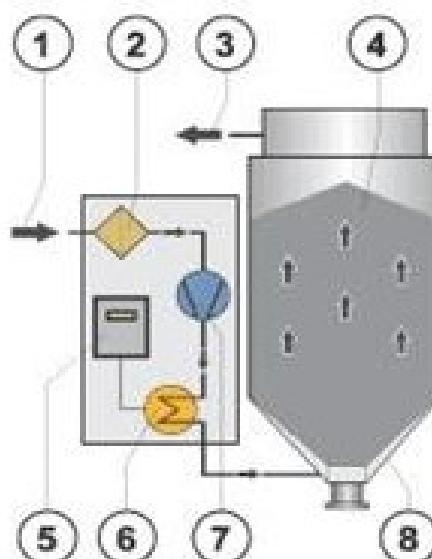
Podle podstaty spojení vody s materiélem se odvíjí i průběh samotného sušení. Může dojít k vázání vody přilnavostí, kdy se jedná o povrchovou vlhkost. Nebo dochází k vázání vody kapilárními silami, kdy se voda drží v mikrokapilárních otvorech, a to v celém objemu hmoty. V takových případech nastává ztížené odpařování (voda je v kapilárách pod tlakem) a je zapotřebí při sušení použít vyšších teplot, než je bod varu při daném tlaku okolí. Sušení tak může probíhat pouze do vyrovnání hodnot těchto tlaků. Dochází tak k vysušení materiálů na rovnovážnou vlhkost, která závisí na okolních podmínkách. Materiál lze tedy vysušit pouze na určitou hodnotu obsahu vlhkosti. V následující tabulce jsou uvedeny základní hodnoty sušení pro vybrané materiály. *PP a PE se suší pouze v případě nevhodného skladování, jinak není nezbytné tyto materiály sušit.

Tab. 5 Doporučené doby sušení pro vybrané materiály [19]

Plast	PE	PP	PS	ABS	PA 6	PA66	PA1 1	PMM A	POM	PET
Teplota sušení [°C]	*70	*80	80	80	80	60-70	100	70-80	120-130	120
Doba sušení [hod]	*až 1	*až 1	3	3	7	6	3-6	2-4	4	2-4

Obsah vlhkosti se nejčastěji vyjadřuje v hodnotě hmotnostních procent. Tato hodnota udává počet dílů vody na 100 dílů vlhkého materiálu. Pro výpočty a řešení problému sušení je tato hodnota nevhodná. Uvádí se tedy hodnota kg vody připadající na 1 kg absolutně suché látky nebo sušiny. Podle toho se poté odvíjí parametry procesu sušení. Nejdůležitější je správné určení doby sušení, které je nutné k vysušení materiálu na požadovanou hodnotu vlhkosti.

Vratný děj je nejen sušení, ale i navlhání materiálů. Je tedy nezbytné jej chránit před okolní vlhkostí. Doporučuje se nevkládat větší množství materiálu do násypky, než které jsme schopni spotřebovat za přibližně 30 min práce stroje. Některé stroje jsou vybaveny vyhřívanou násypkou a teplota materiálu se udržuje proudem teplého vzduchu (Obr. 13). 1- přívod vzduchu, 2- filtr, 3- výstup vzduchu, 4- směr průduchu vzduchu, 5- kontrola teploty, 6- ohřev vzduchu s bezpečnostním termostatem, 7- dmychadlo, 8- násypka. [5,7,19,28]



Obr. 13 Sušící jednotka násypky [5]

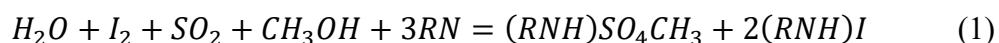
2.7 Sušárny granulátů

Vedle vyhřívaných násypek vstříkovacích strojů se používají i stacionární sušárny. Ty mohou být podle vzájemného pohybu sušícího média děleny na souprudé, protiproudé anebo s kříženým proudem. Podle provozu se poté dělí na sušárny s ne-přetržitým nebo periodickým provozem. Souprudé sušárny se využívají pro materiály dobře snášející intenzivní sušení. Naopak protiproudé sušárny se hodí pro materiály špatně snášející velkou rychlosť sušení. Není mezi nimi velký rozdíl v obsahu vlhkosti nebo teplotě, liší se pouze rychlosť sušení. Sušárna s kříženým proudem je kombinací obou principů. Dále se sušárny dělí na sušárny s otevřeným oběhem vzduchu, anebo s uzavřeným oběhem vzduchu. Podle tlaku také na atmosférické nebo vakuové. Výhodou vakuových sušáren je eliminace oxidace za zvýšených teplot (způsobuje změnu barvy, zhoršení mechanických vlastností). Sušení vzduchem je závislé na několika základních parametrech. Tyto faktory platí pro výše popsáné typy sušáren:

- *Rosný bod* – zjednodušeně lze říci, že jde o míru vlhkosti vzduchu. Vysoký rosný bod značí vysokou vlhkost vzduchu. Ve vlhkém vzduchu dochází ke kondenzaci velkého podílu vody, a to i při relativně vysoké teplotě. Nízký rosný bod poukazuje na nízkou vlhkost vzduchu. Suchý vzduch je zapotřebí vystavit nízkým teplotám, aby došlo ke kondenzaci i zbytkové vlhkosti.
- *Teplota sušení* – zvýšená teplota způsobuje, že se v materiálu molekuly vody začnou pohybovat intenzivněji. Dojde tak k oslabení síly vázající molekuly vody k polymerním řetězcům. Stanovená teplota musí být přímo na povrchu sušeného materiálu, nikoliv teplota na regulátoru sušárny.
- *Doba sušení* – rozmezí stanovuje výrobce granulátu. Je nezbytné, aby doba sušení byla dostatečná a molekuly vody mohly migrovat na povrch granulí. Z něho jsou absorbovány procesním, suchým, ohřátým vzduchem. Předepsaná doba se měří od okamžiku, kdy dojde k dosažení požadované pracovní teploty materiálu v sušicím zásobníku.
- *Průtok vzduchu* – procesní vzduch slouží k přenosu tepla z topných těles umístěných v sušárně do sušicího zásobníku naplněného materiélem (granulátem). Zároveň slouží k transportu vlhkosti mimo násypku. Kapacita objemu vzduchu musí být nastavena tak, aby dokázala plnit obě uvedené funkce. [2,4,17]

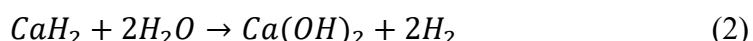
2.8 Měření obsahu vlhkosti

Jedním z možných postupů měření je analytické měření v laboratoři. Postup je sice velmi zdlouhavý, ale zato přesný. Známá je metoda podle pana K.Fischera. Jedná se o jodometrické (titrační) stanovení obsahu vody v materiálu. Metoda je založena na jodometrickém stanovení vody v roztoku báze methanolu s oxidem siřičitým a dalšími rozpouštědly dle rovnice (1).



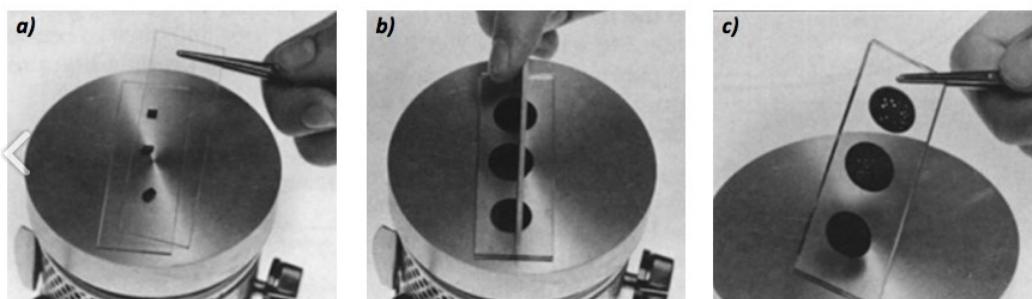
Dochází ke stechiometrické reakci mezi jódem a dalšími složkami roztoku. Stanovení lze tak převést na velmi přesnou coulometrickou metodu. Jeden mol jódu je spotřebován na 1 mol vody. Při tomto ději dochází k přenesení náboje odpovídajícímu 1 molu elektronů. Stanovení probíhá v roztoku, v němž je umožněno vodě reagovat s dalšími složkami roztoku. Do roztoku jsou umístěny dvě elektrody polarizované střídavým proudem konstantní hodnoty. Měřené napětí mezi elektrodami dosahuje při nadbytku vody rádově stovek milivolt a prudce klesá při dosažení ekvivalence. Z naměřeného náboje, který prošel, lze pomocí Faradayova zákona určit množství spotřebovaného jódu, a tím následně i obsah vody ve vzorku. Jedná se o absolutní způsob stanovení vody ve vzorku (není nutná kalibrace). Výsledek se poté uvádí v hmotnostních jednotkách vody mg/g dávkovaného roztoku. V praxi se uplatňují metody jiné.

Další možností je metoda stanovení na základě manometrického principu, která nabízí velmi přesné řešení stanovení vlhkosti. Princip spočívá ve vyhodnocení vzniklé změny tlaku vodíku, k té dochází reakcí vypařované vody, a to ze zahřátého polymerního materiálu (ve vakuu), která reaguje s činidlem. Tím je hydrid vápenatý (CaH_2). Reakce je znázorněna v rovnici (2). V jejím důsledku se zvyšuje tlak, jeho změna je přímo úměrná množství vypařené vody z polymeru. Průběh reakce je urychlen prostředím vakua.



Nezbytné je ale vlastnit laboratorní vybavení, což není vždy možné. Proto lze orientačně zjistit, zda je materiál dostatečně suchý například pomocí metodiky TVI (Tomasetti's Volatile Indicator), kterou představila firma Bayer. Při testu se porovnávají vzniklé obrazce, ke kterým dochází po roztažení polymerních granulí. Ty jsou uzavřeny mezi dvě laboratorní sklíčka, která jsou následně umístěna na topné desky. Princip této metody je znázorněn na Obr. 14. Nejdříve dochází k roztažení vzorku

materiálu vlivem ohřevu topných desek (a), poté je zapotřebí přitlačení laboratorních sklíček za pomoci rovného pravítka (b). Materiál je následně ochlazen a dochází k vyhodnocování vzniklých obrazců (c).



Obr. 14 Ověření zbavení se vlhkosti metodikou TVI od firmy Bayer [15]

Další možností je stanovení vlhkosti pomocí zařízení. Jedná se o halogenové nebo infračervené analyzátory. Základem metody je princip termogravimetrického úbytku hmotnosti při zahřívání materiálu. Vlhkost je následně stanovena na základě tohoto úbytku hmotnosti. Velkou nevýhodou metody je možnost nepřesnosti, kterou způsobuje skutečnost, že při ohřevu polymerního materiálu může dojít k uvolnění i některé nízkomolekulární látky. Tato látka je poté zahrnuta do vyhodnocení spolu s obsahem vody. Výhodou však je bezesporu rychlosť provedení metody. K zahřívání dochází velmi rychle, protože halogenový modul se ohřeje na maximální topný výkon v mnohem kratším čase než např. infračervený modul. [4,15,16,17]



Obr. 15 Příklad halogenového analyzátoru [15]

3 RECYKLACE TERMOPLASTŮ

Negativní dopady lidské činnosti na životní prostředí se stávají čím dál větším problémem, a to v celosvětovém měřítku. Zejména je o erozi půdy, znečišťování vod a ovzduší nebo zvýšenou koncentrací CO₂. V tomto ohledu je recyklace termoplastů jedním z možných způsobů, jak tyto dopady zmírnit. Polymery se v přírodě rozkládají velmi špatně nebo vůbec a životní cyklus obalů z plastů je velmi krátký. Z těchto důvodů bývají zařazovány k jednomu z největších zdrojů znečištění životního prostředí. Použité plasty se akumulují na skládkách a znečišťují moře, přičemž jejich množství není zanedbatelné. Z pohledu objemu volného odpadu tvoří největší podíl stále papír (přibližně 34 %), ale plasty dosahují hodnoty až 20 % objemu vyprodukovaných odpadů. Využití takových odpadů se proto dostává stále více do popředí. Je ale nezbytné podotknout, že při výrobě plastových výrobků je spotřebováno výrazně méně energie. U srovnatelných výrobků z kovu, papíru nebo skla je spotřeba energie větší až o 60 %.

Recyklace je proces, ve kterém je uplatněna snaha opakování využití odpadních materiálů pro výrobu nových užitečných produktů. Recyklovaný materiál je při tomto procesu vždy cíleně přetvářen z již nepoužitelného odpadu na vstupní (druhotnou) surovinu sloužící k dalšímu zpracování. Tím lze snížit spotřebu základní suroviny, spotřebu energie, znečištění ovzduší, znečištění vody ve srovnání s výrobou nových plastových materiálů. Zpětné využití plastového odpadu je jedním z nezbytných řešení. Zde se naskytují možnosti využít materiál přímou přeměnou odpadu na použitelný výrobek, anebo využití chemického nebo také energetického potenciálu polymerních odpadů.

Jednou z metod snížení ekologické zátěže jsou preventivní opatření pro snížení množství odpadových materiálů např. pomocí častější aplikace horkých vtokových systémů. Vývoj a uplatnění snadno degradovatelných polymerních materiálů může být další možností. Není však snadné nahradit masově používané typy plastů v dohledné době, a tak biopolymery a biodegradabilní plasty ještě nejsou zcela využívány. Navíc mohou přinést nové problémy, a to především v oblasti zpracovatelnosti, mechanických vlastností anebo vysoké ceny na jejich výrobu. [16,17,21]

3.1 Recykláty – druhotné materiály

Termoplasty je možné v jisté míře opakováně zpracovávat. To nám dává možnost znova použít zmetkové díly, vtoky a jiné odpady k dalšímu zpracování ve

výrobním cyklu. Tím dochází i k výraznému snížení nákladů nutných na zajištění materiálu. Takový odpad je drcen na menší části, čímž vzniká regenerát, který je následně tepelně zpracován do formy granulí, se nazývá regranulát. Tyto materiály lze přidávat k čistým materiálům. V případě některých materiálů nedochází vlivem použití regranulátu k nežádoucím účinkům na výsledný výrobek. Obecně polypropylen a polyetylén je možné opakovaně recyklovat, a to hned několikrát. Přitom ale nedochází k výraznému zhoršení mechanických vlastností (jako je tomu u jiných materiálů).

Označení „druhotné materiály“ patří termoplastům, které již byly podrobeny procesu zpracování a jsou určeny dále ke zpracování metodou recyklace. Takové materiály už pošly tepelnou změnou. V podstatě jde o materiál drcený (technologický odpad, neshodné výrobky), anebo drcený a regranulovaný. Využívá se také vytříděný odpad z komunálního sběru.

Pouze drcený druhotný materiál se využívá u materiálů plněných nebo tepelně citlivých. Nedochází tak k dalšímu tepelnému namáhání materiálu při regranulaci, ani k degradaci (krácení) vláknitého plniva. Jako značná nevýhoda se jeví nerovnoměrnost rozdrcených částic a také velký prachový podíl materiálu, což vede k problémům při následném zpracování. Regranulované materiály jsou tedy výhodnější díky prakticky stejným granulometrickým vlastnostem jako prvotní materiál. Výhodou je také možnost změnit vlastnosti recyklátů při regranulaci, kdy je možné přidat do taveniny různá aditiva.

Znovuzpracování recyklovaného materiálu a kvalita výsledného výrobku výrazně závisí na typu polymeru, jeho aditivaci a tepelných podmírkách zpracování prvotního materiálu. Obecně lze říci, že degradace opětovně vstříkovaných materiálů závisí především na předchozím tepelném namáhání (teplota taveniny, zpětný odpor šneku, teplota horkého vtoku, smykové namáhání při plnění formy) a na obsahu vlhkosti a stabilizátorů (aditiv). K těmto faktorům významně přistupuje historický počet zpracovatelských cyklů nebo regranulací pro daný materiál. [4,5,15,16]

3.2 Základní metody recyklace

Pro možnost opětovného využití materiálu ve výrobě je zapotřebí odpad přizpůsobit. Stupeň znečištění materiálu ovlivňuje, jak dobře se bude daný odpad dále zpracovávat. Obecně je možné rozdělit odpadní plasty do čtyř základních skupin.

- *Plasty jediného druhu neznečištěné*, které je možné opětovně využít v procesu, při kterém byly vyrobeny. Jedná se o velmi kvalitní odpad, jako jsou odřezky fólií, trubek, pásků, profilů nebo vtokové zbytky). Využívá se ve větší míře formou drtě. Při velkých množstvích se materiál regranuluje na regranulačních linkách.
- *Plasty jediného druhu kontaminované*, které již není možné použít do procesu, při kterém vznikly. Jedná se například o zemědělské fólie, pytle na hnojiva, palety nebo přepravky. Tyto materiály je nezbytné podrobit dalšímu zpracování. Hlavní odlišností při přípravě je fáze praní a sušení polymerní drtě. Kvalita tohoto materiálu je velmi závislá na stupni odstranění nečistot.
- *Plastové odpady směsné se známým složením*. Největším problémem u tohoto typu odpadu je obsah materiálu s neshodným složením vlastností. Tento nedostatek se projevuje především při plastikaci a homogenizaci. Uplatnění takového odpadu se nachází například u výroby protihlukových stěn nebo podlahových krytin.
- *Plastové odpady směsné bez známého složení*. Zpracování těchto materiálů je v dnešní době stále velmi obtížné. Třídění a recyklace je možná například magnetickou separací, fluidní separací, flotací, ručním tříděním nebo proséváním (promýváním). Jedná se tedy o velmi náročně recyklovatelné plastové odpady. Cena přípravy, procesu čištění a separace takových materiálů mnohdy přesáhne hodnotu čistého materiálu, ale nedosahuje zdaleka takových vlastností.

Podle příslušné kategorie je možné tyto odpady dále zpracovávat jako přímo recyklovatelné materiály, případně využít chemické recyklace, anebo je využít jako surovinu pro energii při spalování. Poslední alternativou je ukládání těchto odpadů na skládkách. Jedná se o nejméně vhodnou možnost, přesto stále často aplikovanou.
[2,16,17,22]

3.2.1 Materiálová recyklace

Termoplastické materiály určené k recyklaci je zvláště vhodné zpracovávat materiálovou recyklací. Jedná se o řadu procesů obsahující nejjednodušší mletí opotřebovaných výrobků a jejich následné tepelně mechanické zpracování. Obecně je tento typ recyklace založen na dodávce tepelné a mechanické energie pro přetvoření odpadního

materiálu. V případě dosažení podobných vlastností recyklátu jako u čistého materiálu se jeví jako příznivé východisko i z ekonomického pohledu na věc.

Primární: Tento typ materiálové recyklace je velmi jednoduchý a levný. Především v případech, kdy dochází ke vzniku odpadu přímo ve výrobě. Díky velmi malému procentu znečištění takového materiálu a známým vlastnostem je velmi vhodný pro další využití při výrobě. Nejčastěji je takový odpad upraven na drť a následně je přidáván v přesných poměrech do čistého polymeru.

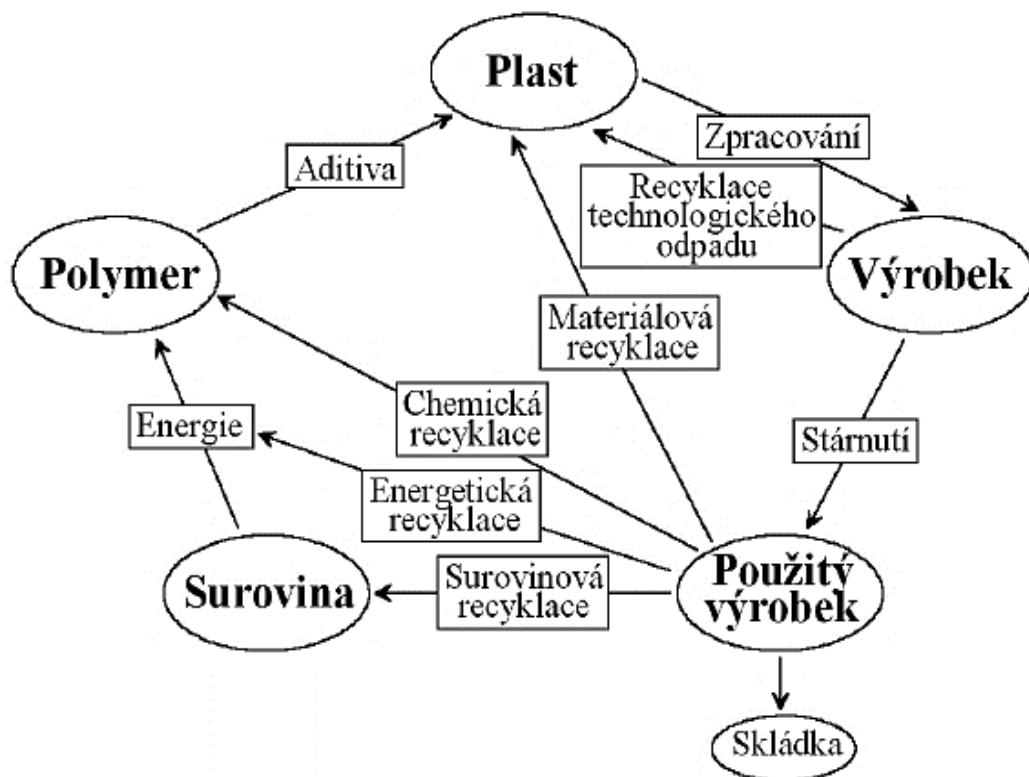
Sekundární: První sada operací spočívá v oddělení (separaci) materiálů podle generických typů, kdy alespoň jeden z nich je následně použit do výrobku z čistého materiálu. Separace plastů podle jejich typů je založena na rozdílu hustot, barev, rozpustnosti nebo vlastností. V druhé části dojde k roztavení směsi polymerů spočívajícím v oddělení nepolymerních nečistot od odpadních plastů. Z heterogenního odpadu se získá materiál nebo výrobek horší kvality a jeho vlastnosti jsou značně odlišné od původního. [2,16,23,29]

3.2.2 Chemická recyklace

Chemická metoda recyklace zahrnuje procesy rozkládání polymerních materiálů na nízkomolekulární látky. Tyto látky jsou vhodné k opětovnému použití jako zdroj monomeru k polymeraci. Patří sem tepelná depolymerace, nebo solvolýza. Z ní lze získat výchozí monomerní jednotka za pomocí postupu opačné polykondenzace. Tímto typem recyklace jsou zpracovávány především materiály vyrobené pomocí polykondenzace nebo polyadice. Spadají sem polyamidy, polyestery, polyuretany nebo polykarbonáty. [24,25]

3.2.3 Energetická recyklace

Jedná se o metodu, kdy je zpracován energetický obsah odpadního materiálu v případě, že jiné zpracování již není možné. Využití tepla při spalování polymerních materiálů je cestou ke snížení objemu tohoto typu odpadu. Důležitou součástí tohoto procesu je čištění spalin a vhodný režim spalování. Je tak eliminováno znečištění ovzduší a možná nebezpečná emise těžkých kovů do okolí. [24,26]



Obr. 16 Schéma recyklačního cyklu [26]

3.3 Granulace

Granulace se provádí u většiny polymerních materiálů, i recyklovaných. Díky výhodám tvoří granulační zařízení nedílnou součást zpracovatelského procesu a ve většině případů jsou polymerní odpady granulovány. Granulace slouží k přípravě materiálu přibližně pravidelného tvaru (váleček, krychlička, čočka). Díky této přípravě je možné snadné dávkování materiálu do zpracovatelských strojů. Velkou výhodou je poměrně vysoká sypná hmotnost, možnost přimísení dalších materiálů a také dobré tokové vlastnosti taveniny. Z odpadu se využívají vtokové zbytky, neshodné výrobky a další výrobní odpad. Zvolený typ granulace je odvozen od reologických vlastností taveniny a ekonomických požadavků na zpracování. [23,25]

4 HODNOCENÍ POLYMERNÍCH MATERIÁLŮ

Mechanické vlastnosti lze rozdělit dle účelu na vlastnosti zjištované krátkodobým působením síly, dlouhodobým působením síly, či mechanické vlastnosti zjištované cyklicky nebo acyklicky se měnícím napětím. Při krátkodobém působení statické síly nebo napětí zjišťujeme chování testovaného polymerního materiálu za konkrétních podmínek napětí, teploty, deformace a času. Jednotlivé podmínky je možné měnit v širokém rozmezí hodnot, a to podle účelu zkoušky. Výjimkou je doba trvání, která se buď nemění, nebo se mění jen velmi málo, aby nedocházelo k vlivu na hodnotu zjištované vlastnosti. Při dlouhodobém působení statické síly nebo napětí se pozoruje chování materiálu za konkrétních podmínek v podstatně delším časovém intervalu než u zkoušek krátkodobých. Tím je možné sledovat závislost hodnot zkoušených vlastností na čase. [15,31]

4.1 Tahová zkouška

Zkouška tahem je jedna z nejpoužívanějších mechanických zkoušek. Spočívá v deformaci zkušebního tělesa tahovým zatízením, a to obvykle do momentu přetržení. Testování je prováděno na hladkých zkušebních tělesech, která svým tvarem i rozměrem odpovídají normě ČSN EN ISO 527-1,2. Těleso je upnuto do čelistí trhacího stroje a je zatíženo tahovou silou. Tato zkouška slouží k určení základních mechanických charakteristik testovaného materiálu. Tahový diagram poskytuje informace o průběhu tahové zkoušky. Lze stanovit modul pružnosti, pevnost na mezi kluzu, nebo poměrné prodloužení. V případě vyhodnocování testovaných polymerních materiálů se objevují jisté odlišnosti v porovnání s vyhodnocováním tahových zkoušek kovových materiálů.

Vzhledem k viskoelastickému chování, které pozorujeme u polymerních materiálů, je většina jejich vlastností závislá na čase, a nejen na teplotě. Uvedený jev způsobuje u tahových vlastností nelineární průběh křivek napětí. Tento efekt je zřejmý v případě houževnatých polymerních materiálů.

Grafickým znázorněním tahové zkoušky je pracovní diagram znázorňující deformační chování za podmínek zatěžování tělesa. Pracovní diagram závislosti napětí σ_T na poměrném prodloužení měřené části zkušebního tělesa ϵ představuje pro každý materiál charakteristickou křivku pro dané zkušební podmínky. Prodloužení tělesa je sledováno extenzometry (průtahometry) a proměnná zatěžující síla je v praxi

vztahována na původní hodnotu průřezu. V takovém případě hovoříme o tzv. smluvním napětí:

$$\sigma_T = \frac{F}{S_0} \quad [\text{MPa}] \quad (3)$$

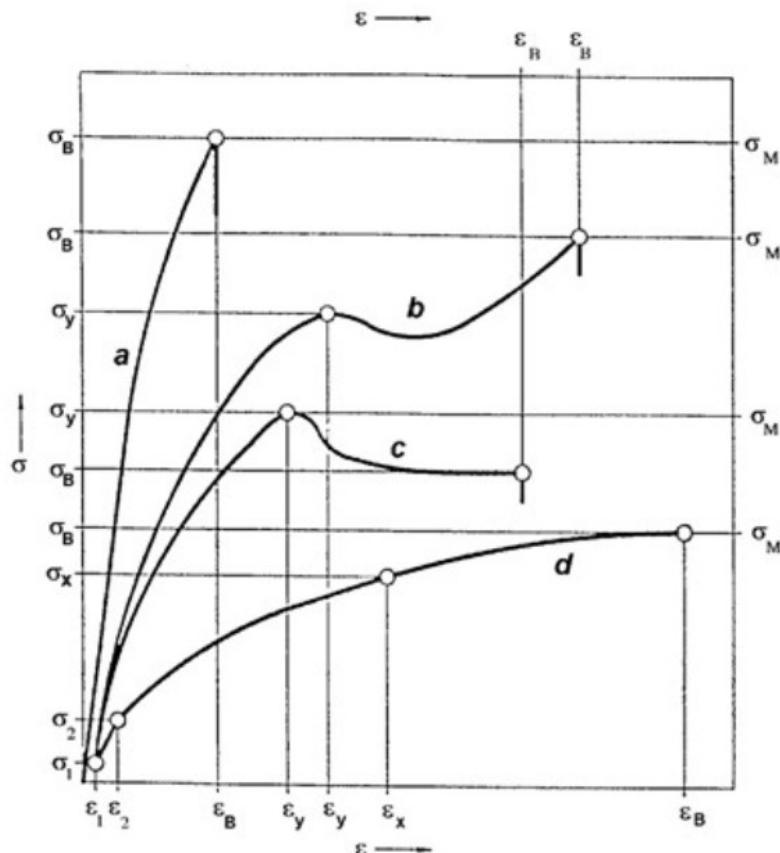
S prodlužováním tělesa se mění jeho původní délka l_0 na l a tento děj je vyjadřován jako poměrné prodloužení (deformace v tahu):

$$\varepsilon_L = \frac{l-l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad [1] \quad (4)$$

Pro zkoušku v tahu v počáteční části křivky platí Hookeův zákon udávající přímou úměru deformace na použité síle:

$$\varepsilon = K\sigma_T \quad [1] \quad (5)$$

K je součinitel úměrnosti. V geometrickém vyjádření se jedná o směrnici přímky závislosti tahového napětí na poměrné deformaci. Jeho převrácená hodnota je E , modul pružnosti v tahu (tzv. Youngův modul). [30,31]



Obr. 17 Základní typy tahových diagramů polymerních materiálů [30]

a – křehké materiály; b, c – houževnaté materiály s mezi kluzu; d – houževnaté materiály bez meze kluzu

4.2 Charpyho kladivo

Při zkoušce rázové houževnatosti metodou Charpy je používáno zkušební těleso tvaru hranolu. To je vodorovně umístěno na podpěrách, opřeno o dvě patky na své nejdelší straně a je přeraženo klínovitým nosem rázového kladiva v polovině vzdálenosti mezi těmito podpěrami. Instrumentovaná zkouška umožňuje záznam působící síly v závislosti na čase či na průhybu tělesa. Získaná křivka popisuje chování materiálu při rázovém ohybovém namáhání tělesa, z nějž lze odvodit některé vlastnosti materiálu.

Podstatou zkoušky je stanovení rázové práce potřebné k porušení vzorku dynamickým ohybem. Tato se stanoví jako rozdíl potenciální energie kladiva před nárazem a po něm zmenšený o ztráty třením kladiva v jeho uložení. Zavěšené kyvadlo má ve své horní poloze potenciální energii:

$$E_P = mgh_1 \quad [\text{J}] \quad (6)$$

Po přeražení vzorku se kyvadlo dostane do výšky h_2 . Spotřebovaná práce A_N na přeražení tělesa je:

$$A_N = mg(h_1 - h_2) = mgl(\cos \beta - \cos \alpha) \quad [\text{J}] \quad (7)$$

Rázová houževnatost je potom poměr práce na přeražení tělesa vztažená na plochu jeho průřezu S :

$$a_k = \frac{A_N}{S} = \frac{A_N}{bt} \quad [\text{J.cm}^{-2}] \quad (8)$$

Jelikož se část energie kladiva po nárazu spotřebuje i na odhození zlomeného vzorku, nelze výsledky zkoušek bez výhrad srovnávat. Rázová energie potřebná na odhození lehčích vzorků je rozdílná od té potřebné k odhození vzorků těžších, např. plněných reaktoplastů.

Při zkoušce vrubové houževnatosti se tělíska opatřené vrubem pokládá tak, aby vrub byl na opačné straně, než dopadá kladivo. Vrub se tedy nachází v tahové oblasti. Vrubová houževnatost se vypočte obdobně jako u rázové houževnatosti, plocha průřezu se v tomto případě počítá v místě zeslabení vrubem. [31,32]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

5 STANOVENÍ CÍLŮ

Hlavním cílem práce je základní klasifikace a hodnocení vlastností vstupních druhotných surovin, přičemž získaná data budou sloužit pro návrh vhodné polymerní směsi pro vstřikovaný výrobek. Dalším cílem je statistické vyhodnocení získaných dat z provedených zkoušek. Snahou je nalézt vyhovující směs, která splní stanovené požadavky.

Mezi hlavní cíle diplomové práce patří:

- Kontrola vstupních surovin
- Návrh a příprava směsí
- Výroba zkušebních těles
- Provedení vybraných zkoušek
- Vyhodnocení získaných dat
- Volba vhodné směsi a její použití u požadovaného výrobku

6 METODY ZPRACOVÁNÍ

Cílem práce je návrh směsi regranulátů z vybraných dostupných materiálů firmy. Výsledná směs musí splňovat stanovená kritéria pro použití u zadaného výrobku, kterým je černá přepravka obdélníkové základny 400×600 mm.

Pro zhodnocení požadovaných mechanických vlastností je provedena zkouška v tahu a zkouška vrubové houževnatosti, dále jsou sledovány tokové vlastnosti při stanovení ITT (indexu toku taveniny). Strukturu materiálu přiblíží metody DSC a XRF. Pro zkoušení je dostačující materiál ve formě granulátu a zkušebních těles tvaru oboustranné lopatky a trámečku.

6.1 Požadovaná kritéria

Pro výše stanovenou aplikaci byla vymezena následující kritéria. K dispozici je stanovená hranice minimální hodnoty aritmetického průměru vrubové houževnatosti, modulu pružnosti, pevnosti a maximální hodnotu poměrného prodloužení na mezi kluzu. Tato kritéria jsou uvedena v následující tabulce.

Tab. 6 Požadované hodnoty aritmetických průměrů

Vykazovaná vlastnost	Hodnota aritmetického průměru
Vrubová houževnatost [kJ/m^2]	> 7,0
Modul pružnosti [MPa]	> 1300
Pevnost na mezi kluzu [MPa]	> 21,0
Poměrné prodloužení na mezi kluzu [%]	< 11,0

Pro dosažení stanovených hodnot je z vybraných materiálu tvořena směs. Ta je následně testována v laboratorních podmírkách. Pro vstřikování je taktéž důležitá hodnota ITT. Pro bezproblémový proces vstřikování výrobce doporučuje minimální hodnotu ITT = 10 g/10 min (230 °C; 2,16 kg).

Dle interní metodiky firmy je běžným postupem kontrola materiálu na obsah těžkých kovů. Při běžné nezvýšené pozornosti na těžké kovy jsou stanoveny limitní hodnoty jednotlivých prvků. Zjišťuje se především obsah olova, rtuti, chlóru, chrómu a dalších. V běžné praxi je snaha dosáhnout výrazně nižších hodnot než limitních.

Tab. 7 Limitní hodnoty obsahu těžkých kovů a vybraných prvků

Měřený prvek	Pb	Cd	Hg	Sb	Cr	Br	Cl
Limitní hodnota [mg/kg]	90	50	10	200	100	100	300

6.2 Použité materiály

Firma poskytla celkem pět různých recyklovaných materiálů (druhotných surovin) ve formě granulátu, kdy ve většině případů jde o interní druhotné suroviny. Jedná se především o materiály, u kterých je snaha nalézt další oblast využití pro zpracování ve výrobě. Jednou z možností je zadaná aplikace této práce, kdy je snaha vyhovět stanoveným kritériím a pomocí směsi poskytnutých materiálu nalézt vyhovující kombinaci.

Jedná se o recykláty se základem získaným z PP a PE (různých modifikací) výrobních materiálů a technologických zbytků. Některé materiály obsahují plnivo, zde se jedná převážně o plnění talkem (mastkem) nebo uhličitanem vápenatým (CaCO_3). Obsah plniva je důležitý pro možnosti zpracování, ale i pro vykazované vlastnosti (tuhost, houževnatost). Na černých výrobcích může dojít k vzhledovým vadám. Z tohoto důvodu jsou všechny suroviny podrobeny zkoušce stanovení obsahu popela dle normy ČSN EN ISO 3451-1. Recyklované směsi byly navrhovány bez nutnosti přídavku aditiv nebo plniv. Výjimku činí případná potřeba změny odstínu výsledného výrobku. Zde je možné výsledný odstín směsi upravit pomocí koncentrovaného pigmentu (masterbatch) přímo na recyklaci lince. Jedná se o nepatrné množství materiálu v řádu jednotek procent. Vlivem procesu recyklace může dojít ke změně některých vlastnosti. Případnou změnu je nezbytné ověřit opakovanou zkouškou. [33]

Tab. 8 Popis a značení použitých surovin

Číslo materiálu	Základ materiálu	Název materiálu	Stanovená zkratka	Barva granulátu	Uvedené procento plnění
1.	PP/PE	Recyklát P025_PPE	P025	Barevná	<24-26> %
2.	PE	Recyklát P045_PE	P045	Barevná	<44-46> %
3.	PP/PE	Recyklát BIAx_PPE	BIAx	Černá	<0 – 3> %
4.	PP	Recyklát ONTI_PP	ONTI	Černá	<14-16> %
5.	PP	Recyklát W541_PP	W541	Bílá	<18-21> %

Materiál pro testování je k dispozici ve formě granulátu. Je zde také možnost využití materiálu v podobě drtě (materiál není zatížen další teplotní změnou), nicméně pro laboratorní potřeby a potřeby výroby je využíváno především granulátů, a to z důvodu nižší prašnosti a vyšší pravidelnosti tvaru vstupního materiálu. Nedochází tak k problémům s navažováním a zásobováním pracovního válce materiélem. I z tohoto důvodu je ověřována hodnota plnění poskytnutých recyklovaných materiálů.

6.3 Kondicionování surovin

Žádný z používaných recyklátů nespadá do skupiny navlhavých materiálů. Protože se ale jedná o materiály plněné normou ČSN EN ISO 19069-2 (Plasty – Materiály z polypropylenu (PP) pro tváření) doporučuje kondicionování 48 hodin při teplotě 23 ± 2 °C a relativní vlhkosti 50 ± 10 %. U vysoce plněných materiálu je nezbytné sušení. Jde převážně o případy, kdy dochází k přemístění materiálu (určeného ke zpracování) ze studených skladů do teplých výrobních prostor. V takových případech může docházet k vysrážení povrchové vlhkosti na granulátu, což vede k vadám na zkušebních tělesech. Polymerní materiály navíc není možné testovat bezprostředně po zhotovení zkušebních těles. Aby nedošlo ke zkreslení vyhodnocovaných dat, jsou všechny materiály před použitím kondicionovány v prostorách firemní laboratoře, a to po dobu 48 hodin za doporučených podmínek. Dodržení hodnot požadované teploty a relativní vlhkosti zajišťuje vzduchotechnika laboratorních prostor. [34]

6.4 Stanovení obsahu těžkých kovů – XRF

Jedná se o metodu rentgenové spektroskopie (X-ray fluorescence spectrometry). Přesněji jde o rentgeno-fluorescenční analýzu, která je založena na sledování sekundárního (odraženého) záření a jejím výstupem je čárové spektrum. V praxi nachází uplatnění především přenosné ruční analyzátoru, kdy je upřednostněna možnost přenosu zařízení před vysokou přesností vyhodnocených dat. Jedná se o metodu, která snímá povrchovou vrstvu předmětu (materiálu), tudíž může dojít ke zkreslení výsledků analýzy například vysráženou vlhkostí na povrchu sledovaného materiálu. Proto jsou všechny materiály podrobeny zkoušce stanovení obsahu těžkých kovů vždy až po předepsané kondicionaci (popř. sušení). Obsah jednotlivých prvků je stanoven zákazníkem vždy pro danou aplikaci. Zpravidla se jedná o hodnoty s patřičným stupněm bezpečnosti, proto je dostačující informativní stanovení jejich obsahu v materiálu. Je snaha, aby se obsah jednotlivých látek u používaných materiálů nacházel daleko od limitních hodnot. Měření je provedeno na ručním analyzátoru XRF Delta společnosti BAS Rudice s.r.o. V případě nízkého výskytu jednotlivých prvků přístroj uvádí pouze krajní hodnoty. V této oblasti není schopen obsah materiálu přesněji detektovat. U zvýšeného obsahu je přístroj schopen uvést konkrétní zjištěnou průměrnou hodnotu se stanovenou odchylkou. Vše je prováděno v souladu s interním standardem firmy pro metodiku XRF.



Obr. 18 Ruční analyzátor těžkých kovů BAS Delta XRF

Měření se provádí přímo na testovaném materiálu, ten se umístí na pracovní stůl. Ruční analyzátor je položen na povrch materiálu a je spuštěno měření. Nezbytné je eliminovat pohyb zařízení během měření na minimum. Po ukončení přístroj oznámí možnost vyjmutí z regranulátu a vypsání zjištěných hodnot. Pro měření s tímto rentgenovým zařízením nejsou předepsány žádné bezpečnostní pomůcky. Kalibrace zařízení je platná do 10.1.2019

6.5 Příprava zkušebních těles

Zkušební tělesa potřebná pro mechanické zkoušky jsou vyrobena na vstřikovacím stroji firmy Wittmann Battenfeld Smartpower 25–350 T (šnek Ø30 – 130). Jedná se o laboratorní vstřikovací stroj s dvojnásobnou kombinovanou formou, kdy pomocí otočného vtoku je možné na jedné formě vyrobit celkem tři typy zkušebních těles. V jednom cyklu je vyroben vždy páár těles zvoleného typu. Je možnost vyrobit malá tahová tělesa, oboustranné lopatky (1) pro tahovou zkoušku. Také zkušební trámečky (2) pro stanovení houževnatosti materiálu a malé plošné desky (3) pro stanovení barevného odstínu pomocí spektrofotometru. V práci je využíváno prvních dvou typů zkušebních těles, které splňují náležitosti normy ČSN EN ISO 294-1 (Plasty – vstřikování zkušebních těles z termoplastů – část 1: Obecné principy a vstřikování víceúčelových zkušebních těles a těles tvaru pravoúhlého hranolu). Kalibrace laboratorního vstřikovacího stroje je platná do 2.11.2019 [35]



Obr. 19 Vstříkovací stroj a konstrukční řešení vícenásobné formy

Pro jakost výrobku (včetně zkušebních těles) je kladen důraz na nastavení jednotlivých parametrů procesu vstříkování. Konkrétní hodnoty vycházejí z materiálových listů a hodnot udávaných normou. Následně je velmi důležité při každé změně materiálu za další typ dodržet několik zásad. Vždy je zapotřebí vyčistit násypku a vyprázdnit komoru pracovního válce od předchozího materiálu. Je snahou tak zabránit možnosti smíchání několika typů recyklovaných materiálů, což by vedlo ke znehodnocení zkušebních těles a zkreslení výsledků. V případě potřeby změny procesních teplot je zapotřebí počkat, než dojde k vytemperování pracovní komory. Při odebírání zkušebních těles je vždy vyčkáno do ustálení procesu vstříkování. Poté je minimálně prvních 10 párů zkušebních těles odstraněno, následně je odebrán požadovaný počet těles vhodných pro testování.

Tab. 9 Procesní podmínky vstříkování pro jednotlivé typy regranulátů

Materiál		P025		P045		BIAX		ONTI	
Typ zkušebního tělesa		(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)
Teplota formy	[°C]			40					
Teplotní pásma	[°C]			215-225-215-210-45					
Teplota taveniny	[°C]	204	204	203	203	201	201	204	204
Objem přepnutí	[ccm]	12	13	9	11	11	12	11	11
Vstříkovací rychlosť	[cm ³ /s]	205	201	190	186	202	200	199	195
Hodnota dotlaku	[bar]	380	220	550	450	360	230	400	250
Čas dotlaku	[s]	22	22	4	6	23	23	23	23
Čas chlazení	[s]	25	15	32	25	25	15	25	15
Doba cyklu	[s]	54	44	52	41	54	44	54	43

Tyto hodnoty jsou získány z dat vstříkovacího stroje. Ověření teploty taveniny probíhá za pomocí teploměru Testo 926-TE, který je opatřen ponornou sondou pro

možnost umístění do taveniny. Norma ČSN EN ISO 19069-2 uvádí pro zpracování PP/PE materiálů teplotu taveniny 200°C. Bezprostředně po odebrání vzorku taveniny přímo ze vstřikovací jednotky je vložena sonda teploměru do taveniny. Po ustálení teploty je hodnota odečtena. Jedná se o zkoušku informativního charakteru, pro možnost ověření hodnot uvedených vstřikovacím strojem. Ověření teploty taveniny je provedeno u poskytnutých druhotných surovin. [34]

Technická data

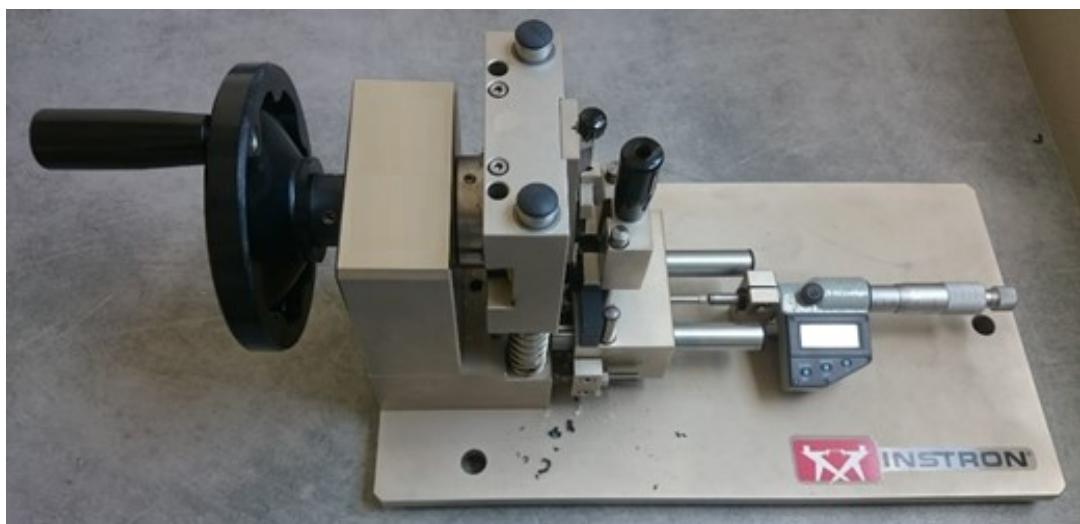
Rozsah teploměru:	-50 °C až +400 °C
Chyba měřidla:	±0,2 °C
Rozlišitelnost:	0,1 °C (nad 100 °C rozlišitelnost 1 °C)
Platnost kalibrace do:	16.03.2019



Obr. 20 Měření teploty taveniny pomocí teploměru Testo

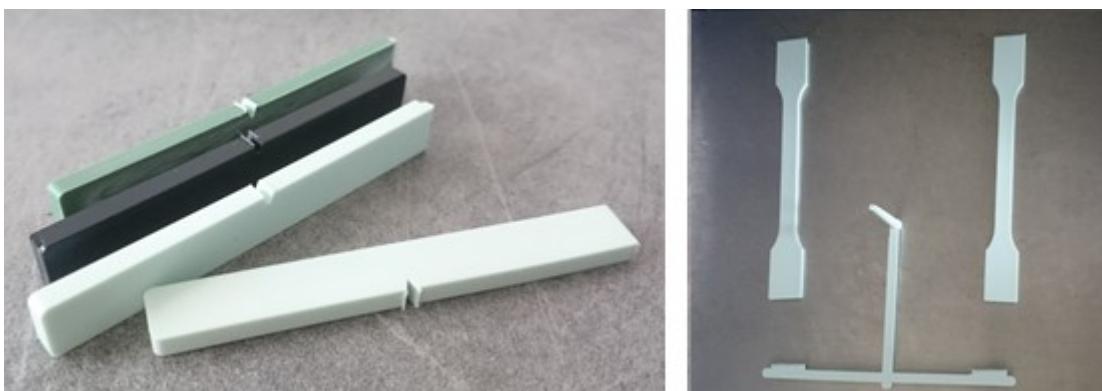
6.6 Vrubovací zařízení

Pro možnost stanovení vrubové houževnatosti jsou zkušební tělesa tvaru trámečku opatřena vrubem. Ten je zhotoven obráběním dle předepsaných hodnot pro vrub typu A uvedený normou ČSN EN ISO 2818. Profil řezného nástroje musí připravit vrub takového tvaru a hloubky, aby byl v souladu s touto normou. Tyto rozměry splňují požadavky pro neinstrumentovanou rázovou zkoušku na Charpyho kladivu dle ČSN EN ISO 179-1. Pro zhotovení vrubu slouží zařízení Notchvis ceast Instron opatřené vrubovacím nožem. Jedná se o manuální vrubovací zařízení, kdy hloubka zhotoveného vrubu je kontrolována pomocí digitálního mikrometru. [32]



Obr. 21 Ruční vrubovací zařízení Instron

Hotová zkušební tělesa jsou připravena ke zkoušení ve chvíli, kdy jsou oddělena od vtokové části, jsou očištěna a v případě trámečků jsou tyto opatřena ostrým vrubem. Tato tělesa jsou následně podrobena měření rozměrů pomocí dostupných měřicích zařízení (změny vlivem smrštění materiálu).



Obr. 22 Hotová zkušební tělesa

6.7 Měřicí zařízení

Při práci s polymerními hmotami je nezbytné pracovat s měridly se zvýšenou opatrností, aby nedošlo k deformaci zkušebního tělesa, a tím i k následnému zkreslení výsledku. Ve většině případů je pro měření rozměru zkušebních těles využito mikrometrů. Jedná se o digitální mikrometry stejného výrobce. Ty jsou umístěny v pracovním stojanu pro snadnější měření a manipulaci s měřeným tělesem. První mikrometr je opatřen běžnými plochými měřicími doteky vhodnými pro měření plochých těles jejich šířky, tloušťky a dalších. V případě druhého mikrometru se jedná o měřicí doteky ve tvaru jednostranného ostrého hrotu. Takto uzpůsobený mikrometr je vhodný

pro měření tloušťky zkušebního tělesa po zhotovení požadovaného vrubu. Tato hodnota je důležitým údajem při stanovení hodnoty vrubové houževnatosti testovaného materiálu a je v souladu s normou ČSN EN ISO 179-1. [32]

<i>Technická data</i>	<i>plochý</i>	<i>s hrotom</i>
Rozsah měřidla:	0-25 mm	0-25 mm
Chyba měřidla	±0,007 mm	±0,005 mm
Rozlišitelnost:	0,001 mm	0,001 mm
Platnost kalibrace do:	18.11.2019	18.11.2019



Obr. 23 Digitální třmenové mikrometry Mitutoyo

Pro účely měření hmotnosti materiálu jsou k dispozici laboratorní předvážky Radwag PS 4500.R2 (Obr. 24 - vlevo). Jsou vhodné pro stanovení dílčích hmotností či určení hmotnosti velkých těles (navažování směsí, celých výstřiků včetně vtokových soustav, stanovení sypné hmotnosti atd.). Není zde však zajištěna eliminace okolních vlivů. V případě potřeby zjištění přesnější hodnoty hmotnosti materiálu jsou k dispozici analytické laboratorní váhy AS 220.R2 (Obr. 24 - vpravo) stejného výrobce. Tyto váhy jsou vhodné pro měření přesnějších hodnot (matematický výpočet, stanovení obsahu popela, sušení, stanovení indexu toku taveniny a další). Zařízení je vybaveno automatickou vnitřní kalibrací v závislosti na teplotě a čase. Je zde umístěna také vážní komora s posuvnými dvířky, sloužící k zajištění vhodných podmínek měření. Obě zařízení jsou umístěna na antivibračním stole, který zajišťuje tlumení rušivých vibrací, a tak eliminuje možnost nežádoucího ovlivnění výsledků.

<i>Technická data</i>	<i>předvážky</i>	<i>analytické váhy</i>
-----------------------	------------------	------------------------

Max. zatížení:	4500 g	220 g
Min. zatížení:	0,5 g	0,01 g
Rozlišitelnost:	0,01 g	0,1 mg
Chyba měřidla:	$\pm 0,01$ g	$\pm 0,1$ mg
Platnost kalibrace do:	10.06.2019	18.07.2019



Obr. 24 Laboratorní předvážky a analytické váhy Radwag

6.8 Ověření plnění materiálu

Pro ověření obsahu plniva slouží metoda stanovení obsahu popele dle normy ČSN EN ISO 3451-1 / METODA A (prosté žíhání). Materiál je navážen do keramických kelímků. Ty jsou před zkouškou žíhány v peci až do ustálení jejich hmotnosti. Po dokončení žíhání jsou kelímky umístěny do exsikátoru, kde jsou vychlazeny na teplotu okolí. Hmotnost kelímku je stanovena na analytických vahách, a to s přesností na 0,1 mg. Následně je do těchto kelímků naváženo množství materiálu, z něhož je možné získat přibližně 5 – 500 mg popele. Takto připravené keramické kelímky jsou vloženy do topného hnázda, kde jsou zahřívány tak, aby docházelo k pozvolnému procesu spalování. Postup je opakován tak dlouho, dokud se vzorek dokonale nespálí. Kelímek je vložen do mufovové pece, ta je následně vyhřívána na teplotu 600 ± 25 °C, kde je žíhán po dobu 2 hod. Doba potřebná ke spálení vzorku nesmí přesáhnout 3 hod. Po vytažení vzorků a jejich vychlazení v exsikátoru je znova zvážen kelímek se zbylým materiálem. Procento plnění poté odpovídá množství rezidua materiálu po zkoušce, a to oproti původnímu množství materiálu.

Tato zkouška je prováděna v doporučených podmírkách teploty 23 °C a relativní vlhkosti 50 %. Ověření procenta plnění materiálu je provedeno u vstupních materiálu poskytnutých firmou a na výsledné výrobní směsi. Působením okolních vlivů může dojít ke zkreslení výsledku stanovení hmotnosti popela. Výsledky zkoušky jsou zaokrouhleny na 3 platné číslice a z toho maximálně 2 desetinná místa dle výše uvedené normy. [33]



Obr. 25 Vzorky umístěné do topného hnízda LTHS 50

6.9 Hustota materiálů

Pro potřebu stanovení hustoty materiálů a směsí je využito analytických vah Radwag XA 82/220.4Y. Metoda stanovení hustoty nelehčeného materiálu je prováděna dle normy ČSN EN ISO 1183-1. V tomto případě je jako nadlehčující kapalina využit 96 % etanol. Nejdříve je provedeno vážení na vzduchu, poté je měřený vzorek umístěn do kapaliny. Z rozdílu hmotností lze stanovit hustotu testovaného materiálu. Pro účely stanovení hustoty byla provedena vždy série tří měření, ze kterých byl stanoven odhad aritmetického průměru hustoty a příslušná směrodatná odchylka. Kalibrace zařízení je platná do 4.4.2019 [38]



Obr. 26 Analytické váhy pro stanovení hustoty

6.10 Zkouška vrubové houževnatosti

Zkouška je prováděna v souladu s normou ČSN EN ISO179 – 1 na moderním testovacím zařízení značky Instron 9050. To nabízí možnost testování široké škály materiálů podle zvoleného typu použitého kyvadlového kladiva (berana). Jsou k dispozici tři typy kladiv používané dle jejich nominální energie 0,5 J, 5 J a 15 J. Pro účely této práce je využíváno kladivo o nominální hodnotě energie 0,5 J. Před měřením je zařízení kalibrováno pro zvolenou testovací metodu, typ kladiva a testovací úhel. Měření je provedeno na deseti zkušebních tělesech opatřených technologickým vrubem dle náležité normy. U všech zkušebních těles došlo k přeražení typu C (úplné přeražení). Po přeražení jsou tělesa odmrštěna a je spotřebována část pohybové energie nutná k přeražení. Z této energie je následně stanovena vrubová houževnatost, která je vztažena na průřez tělesa v místě vrubu. Zařízení je vybaveno oboustranným bezpečnostním štítem pro zachycení těchto úlomků těles. Jedná se o typ, který využívá pneumatického ovládání kyvadlového kladiva. Kalibrace zařízení je platná do 6.12.2018 [32]

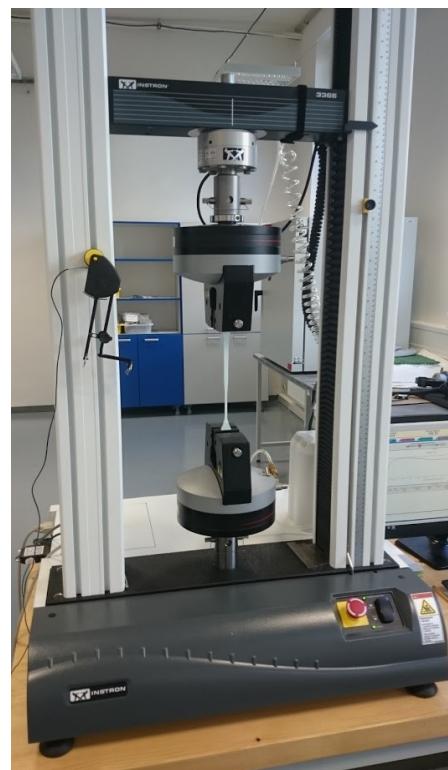


Obr. 27 Charpyho kladivo

CEAST Instron 9050

6.11 Tahová zkouška

Tahová zkouška probíhá v souladu s normou ČSN EN ISO 527–1. Univerzální zkušební zařízení Instron 3366 je vhodné pro stanovení fyzikálních materiálových vlastností. Měření je provedeno zpravidla na pěti zkušebních tělesech. Využíváno je především metody stanovení Youngova modulu pružnosti, pevnosti na mezi kluzu a příslušného poměrného prodloužení. Pro testovací metodu stanovení modulu pružnosti jsou na zařízení upevněny malé čelisti o síle 1000 N (1 kN) a na testovaný vzorek je upevněn extenzometr. Testovací rychlosť je 1 mm/min. Ze získaných hodnot je stanovena průměrná hodnota modulu pružnosti příslušného materiálu. Pro testovací metodu stanovení pevnosti na mezi kluzu a poměrného prodloužení jsou na zařízení upevněny velké čelisti o síle 10 000 N (10 kN). Oba typy čelistí jsou opatřeny snímači, které zaznamenávají chování testovaného materiálu. V tomto případě je testovací rychlosť 50 mm/min. Vzdálenost čelistí v obou testovacích metodách je nastavena na 115 mm ve výchozí poloze před testováním. Všechna data jsou zaznamenávána na sdruženém počítači. Při zkoušce tahových vlastností je předepsáno chránit si zrak použitím bezpečnostních brýlí. Kalibrace zařízení je platná do 7.7.2018 [30]



Obr. 28 Univerzální zkušební zařízení

CEAST Instron 3366

6.12 Stanovení ITT – Plastometr

Stanovení Indexu toku taveniny je prováděno na plastometru Dynisco s ručním oddělováním vzorků. Zkouška probíhá v souladu s normou ČSN EN ISO 1133–1, a to za podmínek 230 °C a při zatížení 2,16 kg (včetně tlačného pístu). Kromě hmotnostního indexu toku (MFR) taveniny je možné stanovení také objemového indexu toku (MVR). Plastometr je opatřen kalibrovanou tryskou o průměru $2,095 \pm 0,025$ mm a délce $8,000 \pm 0,025$ mm (rozměr je stanoven normou). Časové intervaly mezi odrezky jsou zaznamenávány přístrojem. Odebrány jsou vždy tři vzorky, které jsou následně zváženy na analytických vahách. Ze zadaných hmotností, vztažených na časové intervaly, je stanovena průměrná hodnota hmotnostního indexu toku taveniny. Pro každý materiál je měření provedeno dvakrát. Kalibrace zařízení je platná do 5.8.2018 [37]



Obr. 29 Plastometr LMI 5000

7 ZPRACOVÁNÍ DAT

Provedení výše popsaných zkoušek poskytlo hodnoty fyzikálně mechanických vlastností základních druhotných surovin, které jsou potřebné pro návrhy jednotlivých receptur směsí. Statistické hodnocení bylo provedeno také u zkoušek materiálových vlastností. Pro účely statistického hodnocení dat se jedná o výběrové soubory. Naměřené hodnoty jsou přílohou této práce (Příloha I. – XIII.).

V případě vrubové houževnatosti se jedná o soubor 10 hodnot. Pro ostatní sledované vlastnosti obsahuje výběrový soubor 5 hodnot. Vyšší počet naměřených dat pro jednotlivé zkoušky nebyl možný. Data jsou nejdříve prověřena a následně vyhodnocena pomocí statistických prostředků.

7.1 Vyhodnocení naměřených dat

Odhady aritmetických průměrů a směrodatných odchylek materiálových vlastností (ITT, hustota, obsah popele atd.) jsou prováděny za pomoci grafického sumáře (Obr. 31), kde je možné základní ověření dat. Stanovení těchto hodnot neslouží pro účely návrhu receptury směsi. V případě zkoušky měření obsahu vybraných prvků je vycházeno přímo z hodnot poskytnutých zařízením.

Tab. 10 Obsah vybraných prvků druhotných surovin

Měřený prvek	Pb	Cd	Hg	Sb	Cr	Br	Cl	Stanovisko
Limitní obsah [mg/kg]	90	50	10	200	100	100	300	NEVYHOVUJE
1. P025 [mg/kg]	<2.9	<2.4	<3.3	<5.0	<23	<1.3	<19	VYHOVUJE
2. P045 [mg/kg]	<3.3	<2.4	<2.9	<5.0	<25	<1.4	<21	VYHOVUJE
3. BIAK [mg/kg]	<1.8	<2.5	<1.8	<5.0	<13	<0.7	<17	VYHOVUJE
4. ONTI [mg/kg]	<1.6	<2.3	<1.7	<9	68±9	<0.7	44±7	VYHOVUJE
5. W541 [mg/kg]	<1.8	35±6	<3.5	<13	<21	<0.7	2153±240	NEVYHOVUJE

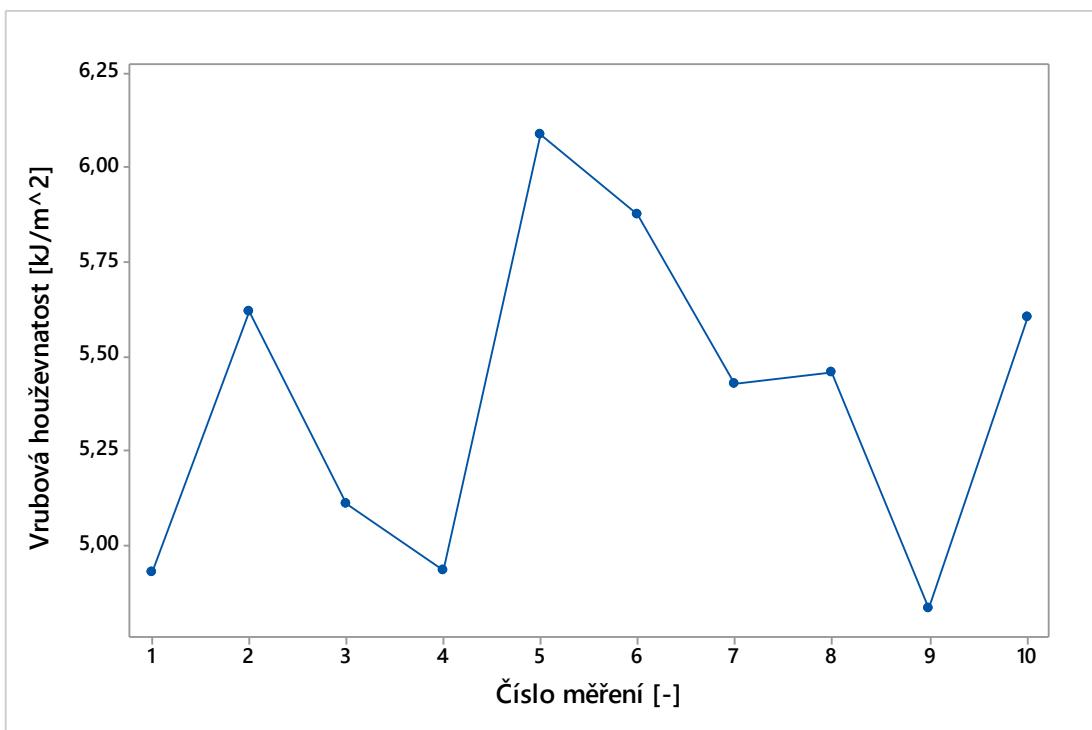
Z naměřených hodnot vyplývá, že materiál W541 (materiál č. 5) je nevyhovující v ohledu obsahu chlóru (Cl), jehož limitní hodnota pro stanovenou aplikaci je určena na obsah 300 mg na 1 kg materiálu. Naměřená hodnota se i se stanovenou chybou nachází výrazně nad kritickou (limitní) hodnotou. Materiál W541 tím nesplňuje požadavky zákazníka, z toho důvodu byl z dalšího testování vyřazen. Jiné využití není vyloučeno v případě aplikace se zvýšenými limitními hodnotami. Z důvodu zvýšených hodnot u materiálu ONTI je omezeno jeho použití do obsahu 50 %. Z naměřených hodnot vyplývá, že z hlediska obsahu těžkých kovů je možné použít pro další

zpracování materiály 1. – 4. Zde jsou hodnoty ve všech případech výrazně nižší než hodnota limitní. Pro danou aplikaci je možné s těmito materiály pracovat.

Tab. 11 Materiálové vlastnosti druhotných surovin

Druhotná surovina	Obsah těžkých kovů [-]	ITT (230 °C, 2,16 kg) [g/10 min]	Hustota [kg/m ³]	Obsah popele [%]
P025	VYHOVUJE	30,5 ± 0,1	1083 ± 11	24,3 ± 0,1
P045	VYHOVUJE	6,2 ± 0,3	1305 ± 18	45,1 ± 0,3
BIAX	VYHOVUJE	35,4 ± 0,2	927 ± 12	0,9 ± 0,1
ONTI	VYHOVUJE	21,3 ± 0,2	1026 ± 14	14,9 ± 0,4
W541	NEVYHOVUJE			

Postup vyhodnocení naměřených dat vrubové houževnatosti, modulu pružnosti, pevnosti na mezi kluzu a poměrného prodloužení je stejný pro všechny výběrové soubyry jak základních druhotných surovin, tak i navržených směsí. Jako příklad poslouží vyhodnocení výběrového souboru dat pro materiál P025 ze zkoušky vrubové houževnatosti. Pro přehlednost práce je pro další materiály a směsi využíváno pouze dílkých výsledků, vybraných grafů a vykazovaných vlastností.

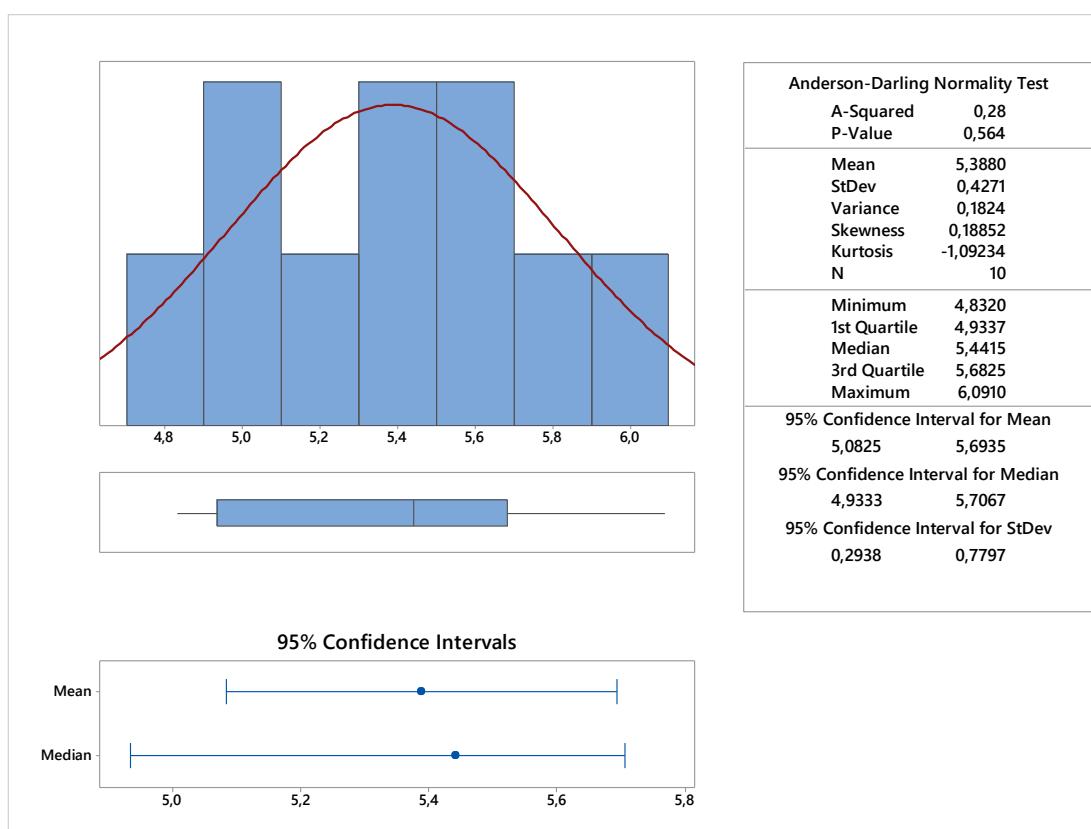


Obr. 30 Graf časové řady hodnot vrubové houževnatosti suroviny P025

Za pomocí programu Minitab 17 je ověřena spolehlivost získaného výběrového souboru metodikou EDA (exploratory data analysis). Jedná se o průzkumovou

analýzu dat, která nalézá zvláštnosti statistického chování datového souboru a ověřuje předpoklady pro následné statistické zpracování. Prvním prostředkem je graf časové řady naměřených hodnot. Slouží k zobrazení posloupnosti jednotlivých měření a vizualizaci průběhu v čase. Vizualizací těchto dat jsme zjistili, že nejsou patrné trendy a vykazují náhodné uspořádání.

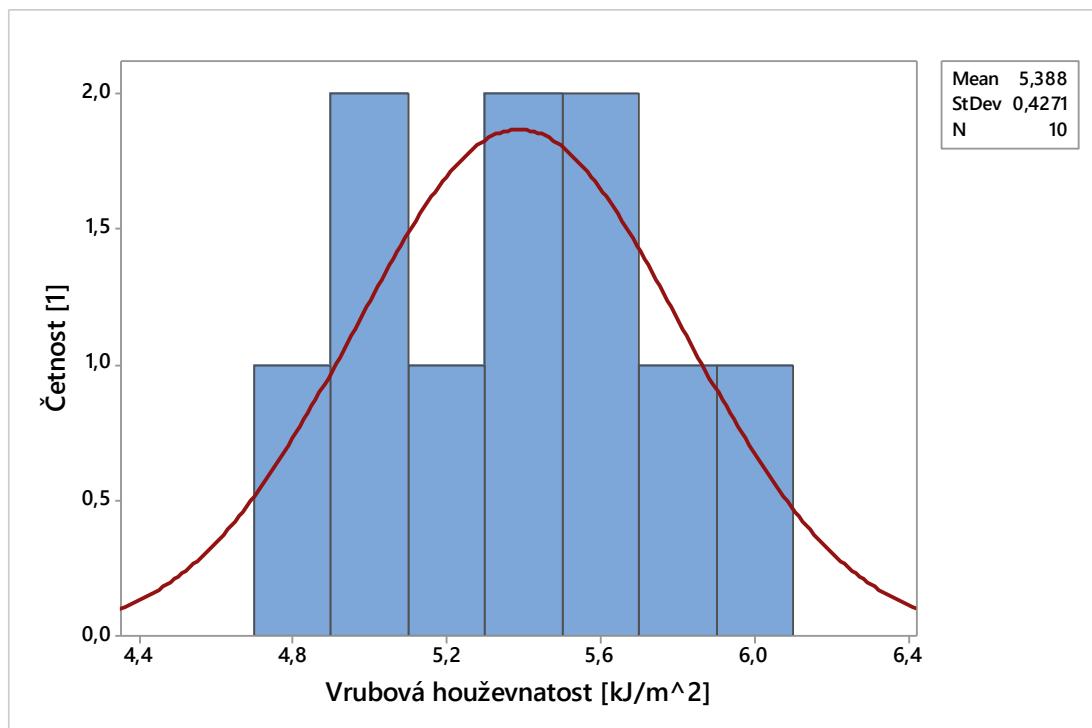
Ověření normality výběrového souboru je provedeno pomocí Anderson-Darlingova testu normality (Obr. 31). Vypovídajícím kritériem tohoto testu je „p hodnota“. V případě suroviny P025 vykazuje soubor dat vrubové houževnatosti hodnotu $p = 0,564$ (56,4 %). Na základě tohoto testu můžeme říci, že data pochází z normálního rozdělení s pravděpodobností 95 % a možností omylu 5 %.



Obr. 31 Grafický sumář vrubové houževnatosti pro materiál P025

Nezbytným krokem je ověření dat na případné odlehlé hodnoty. Použit je boxplotový graf, který je schopen zobrazit hodnotu, která je podezřelá z odlehlosti. Následně je nezbytné určit, zda jde pouze o extrémní hodnotu, kterou je nezbytné pro statistické vyhodnocení v souboru dat ponechat, nebo zda se jedná o skutečně odlehlou hodnotu (outlier), kterou je pro správné vyhodnocení dat ze souboru nezbytné vyřadit.

Pro zobrazení příslušného rozdělení dat je použit histogram s proložením Gaussovy křivky normálního rozdělení. Získáváme tak představu o četnosti jednotlivých hodnot, celkovém rozdělení dat a s tím spojené šikmosti a špičatosti výběrového souboru.



Obr. 32 Histogram pro hodnoty vrubové houževnatosti suroviny P025

Na základě 10 měření vrubové houževnatosti suroviny P025 jsou určeny následující statistické parametry. Soubor dat vykazuje normální rozdělení. Nevykazuje podezření na odlehlou hodnotu. Odhad aritmetického průměru a směrodatné odchylky je $5,4 \pm 0,4 \text{ kJ/m}^2$. Soubor dat vykazuje pozitivní šikmost. Data jsou uskupena v okolí střední hodnoty. Odhad aritmetického průměru se z pravděpodobnosti 95 % ($1-\alpha$) nachází v intervalu od $5,08 \text{ kJ/m}^2$ do $5,69 \text{ kJ/m}^2$ s možností omylu α .

Věrohodnost odhadu aritmetického průměru je ověřena za pomocí variačního koeficientu. Jedná se o podíl směrodatné odchylky vůči odhadu aritmetického průměru. Tento koeficient slouží jako ukazatel kvality zkoumaného souboru dat.

$$V_x = \frac{s}{\bar{x}} \quad (9)$$

Odhad směrodatné odchylky $0,4 \text{ kJ/m}^2$ tvoří 7,4 % z odhadu aritmetického průměru $5,4 \text{ kJ/m}^2$. Jedná se o důvěryhodný odhad aritmetického průměru.

Pomocí metodiky EDA je prokázáno, že data pro základní druhotné suroviny pocházejí z normálního rozdělení. V žádném z případů není v souboru dat viditelný trend. Ze stanovených hodnot je určen odhad aritmetického průměru a příslušný odhad směrodatné odchylky. Variační koeficient poukazuje na věrohodnost odhadu aritmetického průměru. Vyhodnocení je provedeno na konfidenčním intervalu $1-\alpha = 0,95$ (95 %) s možností omylu $\alpha = 0,05$ (5 %). Získané hodnoty pro všechny základní suroviny jsou uvedeny v následující tabulce.

Tab. 12 Výsledky mechanických zkoušek druhotných surovin

Druhotná surovina	Vrubová houževnatost [kJ/m^2]	Modul pružnosti [MPa]	Pevnost na mezi kluzu [MPa]	Poměrné prodloužení [%]
P025	$5,4 \pm 0,4$	1022 ± 4	$16,7 \pm 0,1$	$12,1 \pm 0,1$
P045	$59,9 \pm 1,1$	424 ± 49	$9,2 \pm 0,2$	$14,8 \pm 0,8$
BIAK	$3,0 \pm 0,1$	1189 ± 52	$28,3 \pm 0,2$	$10,7 \pm 0,1$
ONTI	$9,9 \pm 0,6$	1733 ± 9	$19,8 \pm 0,1$	$4,6 \pm 0,1$

Hodnoty variačního koeficientu jednotlivých výběrových souborů nepřekračují hodnotu 10 %. Výjimku tvoří variační koeficient suroviny P045 pro data modulu pružnosti (13,5%). Výběrový soubor vykazuje vyšší směrodatnou odchylku. Ta je jistou mírou způsobena vysokým procentem plnění materiálu (45 % plnění), může docházet k nehomogenitám ve zkušebním tělese a následně při testování k výrazným rozdílům vykazovaných vlastností. Dalším faktorem je skutečnost, že se jedná o druhotnou surovину. Nízká hodnota ITT tohoto materiálu také poukazuje na problematické zpracování při vstřikování. Pro zlepšení je zapotřebí využít klesající dotlak či delší dobu pro ustálení vstřikovacího cyklu. Oproti nízké hodnotě modulu pružnosti materiál vykazuje velmi vysokou hodnotu vrubové houževnatosti. Přítomnost tohoto materiálu ve směsi silně přispěje k vyšším hodnotám vrubové houževnatosti.

Materiál ONTI disponuje vhodnými hodnotami. Jak fyzikálně mechanické vlastnosti napovídají, je nasnadě využít tento materiál ve vysokém procentuálním poměru do směsi. Zdroj této suroviny je ovšem limitován. Ve směsi bude přínosem především jeho modul pružnosti a vrubová houževnatost. Žádoucí je také výrazně nižší procento poměrného prodloužení, při zachování vysoké pevnosti na mezi kluzu. Přítomnost tohoto materiálu ve směsi může napomoci dosažení požadované minimální hodnoty aritmetického průměru vykazovaných vlastností. Tento materiál je ale zároveň ekonomicky méně výhodný. Jedná se o recyklovaný materiál nakupovaný od dodavatele

a jeho množství je tak limitováno. I z toho důvodu je pro následující návrhy směsi firmou stanoveno využití především materiálů P025 a P045, u kterých se jedná o interní druhotné suroviny. Ty jsou pro firemní účely levnější a dostupnější.

Druhotná surovina BIAX vykazuje vhodný modul pružnosti. Významná je ale především pevnost na mezi kluzu, kterou tento materiál vykazuje. Naopak vručová houževnatost této suroviny je velmi slabá. Při snaze zvýšit tuto hodnotu u některé ze směsí může dojít k výraznému zhoršení ostatních vlastností.

V případě suroviny P025 není zjištěna významná hodnota u žádné ze sledovaných vlastností. Jedná se o nejdostupnější surovinu. Materiál je proto vhodné použít především pro snížení nákladů na výrobu zakázky.

7.2 Receptury směsí regranulátů

Návrhy receptury směsi jsou omezeny požadavky zákazníka a technickými parametry výrobní linky na maximální počet tří obsahovaných složek směsi. Na základě stanovených odhadů aritmetických průměrů hodnot testovaných vlastností druhotných materiálů jsou navrženy následující směsi.

Tab. 13 Předložené návrhy směsí

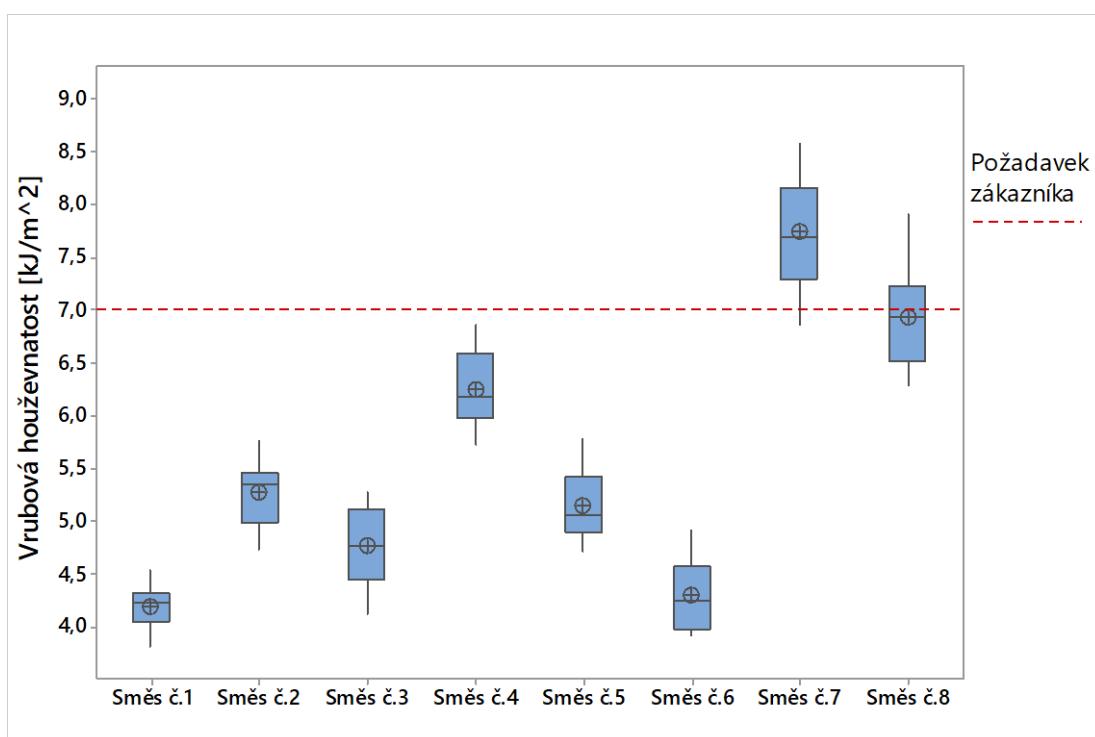
Navržená směs	Obsah jednotlivých složek směsi
Směs č.1	P025 (50 %) + BIAX (50 %)
Směs č.2	P045 (40 %) + BIAX (60 %)
Směs č.3	P045 (30 %) + P025 (20 %) + BIAX (50 %)
Směs č.4	ONTI (50 %) + BIAX (50 %)
Směs č.5	ONTI (40 %) + BIAX (60 %)
Směs č.6	ONTI (30 %) + BIAX (70 %)
Směs č.7	P025 (20 %) + BIAX (35 %) + ONTI (45 %)
Směs č.8	P045 (20 %) + BIAX (50 %) + ONTI (30 %)

Materiál W541 nesmí být využíván ve směsi určené pro výrobu přepravky. Materiál ONTI je možné využít nanejvýše do 50 % obsahu směsi. Proto je snahou firmy využít jej v kombinaci s jinými druhotními surovinami, které mohou pocházet ze zavedené výroby a jsou tak levnější a dostupnější. Suroviny P025 a P045 je zapotřebí uplatnit i přes horší fyzikálně mechanické vlastnosti. BIAX a ONTI je nakupován za účelem zlepšení těchto vlastností a doplnění výroby. Některé z navržených směsí

jsou testovány pro nastínění vlastností jednotlivých kombinací, kdy z výsledků může být vycházeno v dalších aplikacích.

7.3 Výsledky testů navržených směsí

Navržené směsi jsou testovány pouze na hodnoty mechanických vlastností stanovených v požadavcích zákazníka. Ověření jejich materiálových vlastností není vyžadováno. Pro statistické ověření výběrových souborů navržených směsí je použit stejný postup jako v případě základních druhotných surovin. Dále je využito grafického znázornění jednotlivých hodnot navržených směsí za pomocí box-plotových grafů.



Obr. 33 Srovnání hodnot vrubové houževnatosti u navržených směsí

Grafickým porovnáním naměřených hodnot je zřejmé, že podmínce minimálního aritmetického průměru vrubové houževnatosti vyhovují pouze dvě směsi (směs č.7 a směs č.8). Skutečnou schopnost souboru dat vykazovat hodnotu vyšší, než je hodnota požadovaná (minimální), ověříme pomocí testování hypotéz.

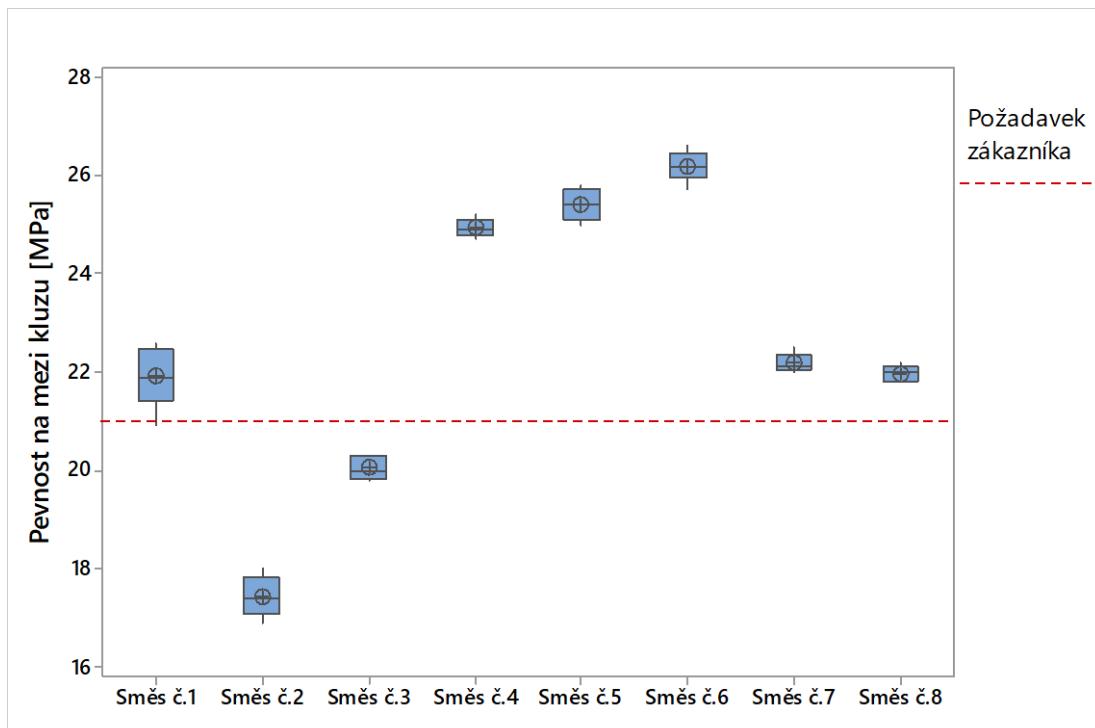
Formulujme nulovou hypotézu:

$$H_0: \mu_{směsi} = \mu_{požadovaný}$$

Hypotéza alternativní:

$$H_a: \mu_{směsi} > \mu_{požadovaný}$$

Oba výběrové soubory navržených směsí vykazují vlastnosti splňující podmínu minimální hodnoty aritmetického průměru modulu pružnosti.



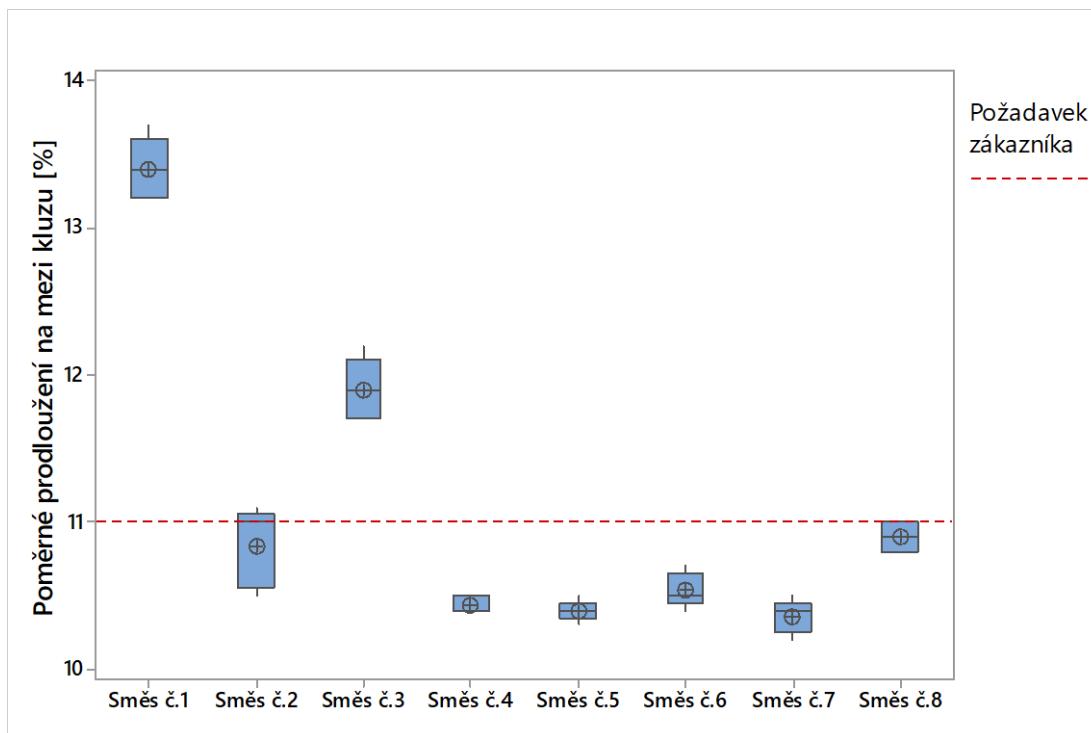
Obr. 35 Srovnání hodnot pevnosti na mezi kluzu

Podmínu minimální hodnoty pevnosti na mezi kluzu z grafického znázornění plní celkem 6 směsí (směs č.1,4,5,6,7,8). Nicméně pro naše účely jsou vhodné pouze směs č.7 a směs č.8. Zbylé návrhy sice vykazují vyhovující vlastnosti pro podmínu pevnosti na mezi kluzu, nicméně nesplnily obě předchozí podmínky minimálních hodnot. Schopnost dosáhnout požadované hodnoty ověříme proto pomocí testování hypotéz pouze u směsi č.7 a č.8.

Tab. 16 Porovnání dat pevnosti na mezi kluzu pomocí testu hypotéz

Pevnost na mezi kluzu	Požadováno [MPa]	\bar{x} [MPa]	s [MPa]	Testování hypotéz	
				p-hodnota	Vyhodnocení
Směs č.7	21	22,2	0,2	0,000	Zamítám H_0
Směs č.8	21	22,2	0,2	0,000	Zamítám H_0

Výsledkem testu hypotéz obou směsí je zamítnutí nulové hypotézy rovnosti aritmetických průměrů ve prospěch hypotézy alternativní s pravděpodobností $1-\alpha$. Oba výběrové soubory navržených směsí vykazují vlastnosti splňující podmínu minimální hodnoty aritmetického průměru modulu pružnosti.



Obr. 36 Srovnání hodnot poměrného prodloužení na mezi kluzu

Jako vyhovující se po grafickém znázornění jeví všechny směsi kromě č.1 a č.3. U požadované hodnoty poměrného prodloužení na mezi kluzu hovoříme o maximální vykazované hodnotě aritmetického průměru. Z tohoto důvodu je zapotřebí stanovit novou alternativní hypotézu.

Formulujme nulovou hypotézu:

$$H_0: \mu_{směsi} = \mu_{požadovaný}$$

Hypotéza alternativní:

$$H_a: \mu_{směsi} < \mu_{požadovaný}$$

Tab. 17 Porovnání dat pevnosti na mezi kluzu pomocí testu hypotéz

Poměrné prodloužení na mezi kluzu	Požadovaný [%]	\bar{x} [%]	s [%]	Testování hypotéz	
				p-hodnota	Vyhodnocení
Směs č.7	11	10,4	0,1	0,000	Zamítám H_0
Směs č.8	11	10,9	0,1	0,045	Zamítám H_0

V obou případech zamítám nulovou hypotézu o rovnosti aritmetických průměrů ve prospěch hypotézy alternativní s pravděpodobností 95 % a možností omylu 5 %. Testované směsi vykazují nižší hodnoty odhadů aritmetických průměrů poměrného prodloužení, než je maximální požadovaná hodnota.

Ostatní směsi jsou pro účely práce nevýznamné, docházelo u nich k nesplnění jednoho nebo více požadavků. Nastínění vlastností těchto směsí má potenciál především pro využití u dalších aplikací, kdy bude možné vycházet z provedených měření.

Tab. 18 Výsledky mechanických zkoušek navržených receptur směsi

Materiál	Vrubová houževnatost [kJ/m ²]	Modul pružnosti [MPa]	Pevnost na mezi kluzu [MPa]	Poměrné prodloužení [%]
Směs č.1	4,2 ± 0,2	852 ± 14	21,9 ± 0,6	13,4 ± 0,2
Směs č.2	5,3 ± 0,3	928 ± 20	17,4 ± 0,4	10,8 ± 0,3
Směs č.3	4,8 ± 0,4	846 ± 14	20,1 ± 0,2	11,9 ± 0,2
Směs č.4	6,3 ± 0,4	1242 ± 12	24,9 ± 0,2	10,4 ± 0,1
Směs č.5	5,2 ± 0,4	1259 ± 18	25,4 ± 0,3	10,4 ± 0,1
Směs č.6	4,3 ± 0,4	1249 ± 39	26,2 ± 0,3	10,5 ± 0,1
Směs č.7	7,7 ± 0,6	1430 ± 18	22,2 ± 0,2	10,4 ± 0,1
Směs č.8	6,9 ± 0,5	1353 ± 23	22,0 ± 0,2	10,9 ± 0,1

Na základě statistických výsledků je prokázáno, že receptura směsi č.7 splňuje požadavky zákazníka. Jedná se o směs P025 (20 %) + BIAX (35 %) + ONTI (45 %).

Požadovaná hodnota modulu pružnosti bude zajišťovat dostatečně tuhé tělo přepravky. Díky vrubové houževnatosti bude také odolná proti rázům. Předpokládána byla vyšší hodnota pevnosti na mezi kluzu. Hodnota splňující kritérium zákazníka je dostačující, jedná se o tlustostěnný výrobek.

Kromě docílení požadovaných vlastností jsou uspokojeny také potřeby výrobce. Z ekonomického hlediska společnosti je žádoucí zpracování interních odpadů (druhotných surovin), mezi které patří především materiál P025. Materiály nakupované jsou do receptury zakomponovány v požadovaném poměrném množství a mohou tak být uplatňovány i v další produkci.

8 POUŽITÍ ZVOLENÉ RECEPTURY SMĚSI PŘI VÝROBĚ

Směs č.7 je doporučena pro použití na výrobní lince. Jednotlivé složky druhotných surovin jsou v požadovaném poměru dávkovány do recyklační linky. Zde dochází k plastikaci a homogenizaci materiálu a jeho následnému zpracování na regranulát. Ten je následně umístěn ve velkých silech, kde dochází k jeho promíchávání a homogenizaci. K přepravě a uchování připraveného materiálu slouží velké oktabíny. Pomocí odsávacích zařízení je plněn do násypky vstřikovacího stroje. Toto výrobní zařízení je opatřeno vícenásobnou formou, kdy při každém cyklu stroje dochází k výrobě dvou zhotovených přepravek. Tyto jsou následně vyjmuty za pomocí automatizovaných robotických rámů.

8.1 Ověření splnění požadavků

Při zavedení receptury do výroby je vhodné ověření vlastností připravené směsi. Výrobní zařízení pracuje v odlišných podmírkách, které mohou ovlivnit výslednou směs. Mezi výrazné faktory patří obsluha linky, která dávkuje materiál. Teplotní zátěž materiálu v recyklační lince, ještě před samotnou výrobou, může být dalším z faktorů změny vykazovaných fyzikálně mechanických vlastností. V některých případech jsou aplikována aditiva či barevné pigmenty pro dosažení požadovaných hodnot. Může docházet k odchylkám oproti hodnotám směsi připravené v laboratorních podmírkách. Z těchto důvodů jsou provedeny opakovány dostupné zkoušky pro směs připravenou na výrobní lince.

Tab. 19 Souhrn vykazovaných vlastností výrobní směsi

Vykazovaná vlastnost	Směs z výroby
Vrubová houževnatost	$7,4 \pm 0,4 \text{ kJ/m}^2$
Modul pružnosti	$1388 \pm 9 \text{ MPa}$
Pevnost na mezi kluzu	$21,4 \pm 0,1 \text{ MPa}$
Poměrné prodloužení na mezi kluzu	$10,9 \pm 0,1 \%$
Obsah vybraných prvků	VYHOVUJE
Index toku taveniny (230 °C; 2,16kg)	$23,8 \pm 0,2 \text{ g/10 min}$
Obsah popele	$13,8 \pm 0,2 \%$
Vlhkost	$0,0835 \pm 0,003 \%$
Hustota	$1019 \pm 21 \text{ kg/m}^3$

Odebranou výrobní směs (příloha XIII) je nezbytné srovnat s požadavky zákazníka. Připravená namíchaná směs materiálu je odebrána přímo z výrobní dávky na výstupu ze sila recyklační linky. Po náležité kondicionaci je tento materiál využit pro výrobu zkušebních těles na laboratorním vstřikovacím stroji. Vzorky jsou následně testovány dle výše uvedených podmínek.

Tab. 20 Ověření splnění požadovaných hodnot u směsi z výroby

Směs z výroby	Požado-váno	\bar{x}	s	Testování hypotéz	
				p-hodnota	Vyhodnocení
Vrubová houževnatost	7 kJ/m ²	7,4 kJ/m ²	0,4 kJ/m ²	0,009	Zamítám H ₀
Modul pružnosti	1300 MPa	1388 MPa	9 MPa	0,000	Zamítám H ₀
Pevnost na mezi kluzu	21 MPa	21,4 MPa	0,1 MPa	0,000	Zamítám H ₀
Poměrné prodloužení na mezi kluzu	11 %	10,9 %	0,1 %	0,017	Zamítám H ₀

Ve všech případech zamítám nulovou hypotézu rovnosti aritmetických průměrů s pravděpodobností 95 %. Směs připravená na výrobní lince vykazuje vyšší hodnotu vrubové houževnatosti, modulu pružnosti a pevnosti na mezi kluzu, než jsou hodnoty předepsané. V případě poměrného prodloužení vykazuje směs hodnotu nižší. Dodatečně byla stanovena vlhkost použité směsi, která může způsobovat vady na vstřikovaných výrobcích, proto je nezbytná její kontrola u regranulátů.

Získané hodnoty slouží pro přípravu technické dokumentace recyklátu. Z výsledků je zřejmé, že se vlastnosti směsi připravené ve výrobě liší od vlastností směsi připravené v laboratoři. Přesto je na recyklační lince docíleno výroby směsi, která prokazatelně splňuje požadavky zákazníka. Hodnota ITT (26,8 g/10 min) je vhodná pro využití u vstřikovaných výrobků a splňuje požadavek minimální hodnoty indexu toku taveniny. Opakováně je ověřena hodnota obsahu vybraných prvků pomocí metody XRF. Výrobní směs vyhovuje v obsahu sledovaných prvků.

Aplikace této přepravky nezahrnuje „Food contact“, respektive při použití nedochází ke styku s potravinami. Z toho důvodu nejsou stanoveny specifikace pro potravinářské výrobky.

8.2 Zhotovený výrobek

Směs výše uvedené receptury je postoupena k výrobní zkoušce. Na výrobní lince je z ní vyráběna černá přepravka obdélníkové základny 400 × 600 mm. Jedná se o přepravku s technickou aplikací, jejíž tvar a konstrukční řešení umožňují stohování více

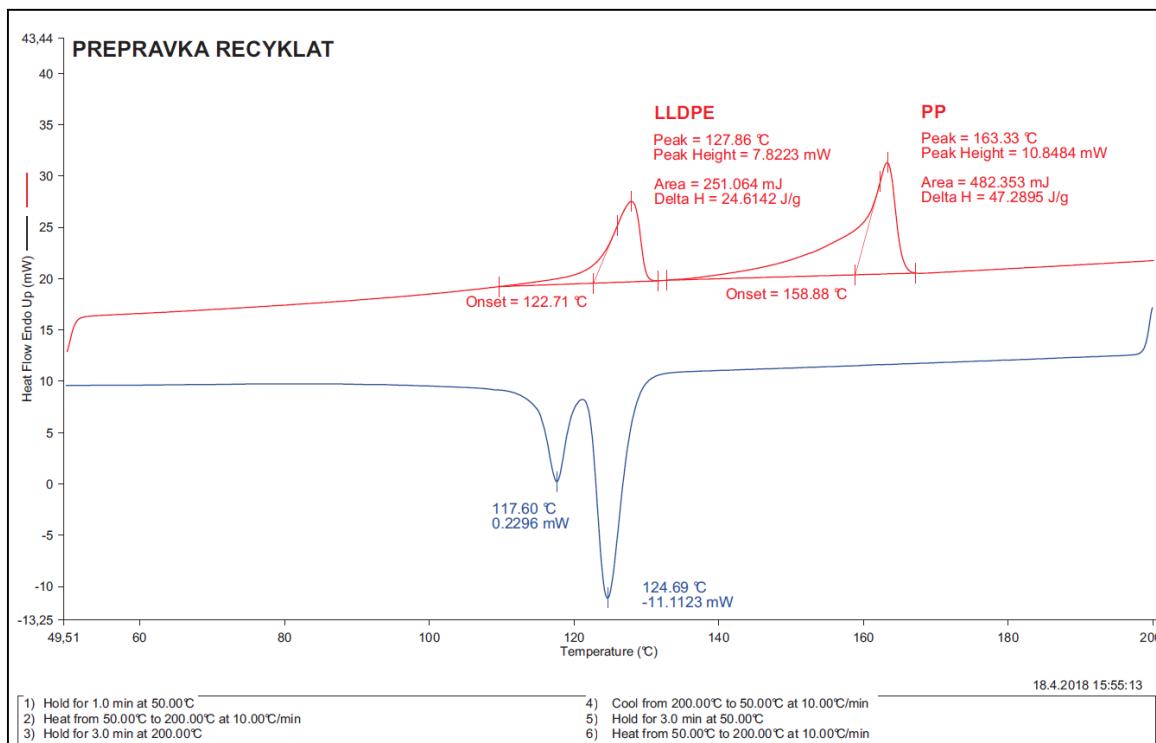
kusů na sebe. Po vyrobení požadovaného množství je směs postoupena k výrobě objemu zakázky požadované zákazníkem. Zhotovené přepravky jsou kontrolovány dle zavedeného kontrolního plánu.



Obr. 37 Přepravka zhotovená na výrobní lince s použitím směsi č.7

8.3 DSC – Struktura

Na vzorku směsi připravené recyklační linkou je provedena jedna z termických analýz. Jedná se o metodu diferenční skenovací kalorimetrie, která zkoumá tepelné vlastnosti vzorku vystaveného teplotnímu průběhu. Měřenou veličinou je reakční entalpie. Aplikován je jak ohřev, tak intenzivní chlazení, kdy je působeno na misku se vzorkem a současně na misku referenční. Výsledek analýzy DSC na výrobním vzorku je znázorněn na Obr. 38. Zobrazen je zde 2. ohřev vzorku a chlazení. Konkrétní hodnoty rychlostí ohřevu jsou uvedeny v grafu.



Obr. 38 Výsledek zkoušky DSC vzorku výrobní směsi

Ze závislosti tepelného toku jednotlivých vzorků je zřejmé, že dochází k roztažení vzorku směsi při dvou teplotách tání. Roztažení materiálu při teplotě 127,9 °C značí přítomnost obsahu LLDPE (lineární nízkohustotní polyetylén). Při teplotě 163,3 °C dochází k roztažení krystalické fáze materiálu PP (polypropylén). Záznam protokolu z DSC u výrobní směsi může sloužit pro kontrolu kvality výrobku v případě možných budoucích problémů ve výrobě.

ZÁVĚR

Pro účely práce byly v teoretické části nastudovány vlastnosti vybraných polyolefinů, podrobnosti v oblasti vstřikování směsí, příčiny vzniku vad a jejich odstraňení. Přiblížena je problematika jednotlivých metod recyklace termoplastů. Popsány jsou zde základní principy vybraných zkoušek a kontroly polymerních surovin.

Praktická část práce se zabývá návrhem směsi recyklátů, která splňuje stanovené požadavky pro výrobu černé vstřikované přepravky. K dispozici bylo celkem pět druhotných surovin, na nichž byla provedena kontrola vstupních surovin. Na základě kontroly materiálu na obsah vybraných prvků dle interního standardu firmy byl materiál W541 vyhodnocen jako nevhodný, z toho důvodu byl z dalšího testování vyřazen. Ostatní materiály jsou na základě provedených testů vhodné pro použití při návrhu směsi. Výsledkem vstupní kontroly je ucelený soubor vlastností daného materiálu a představa o jeho využití v konkrétní směsi. Navrženo bylo osm receptur směsi recyklátů, které byly podrobeny zkoušce stanovení vrubové houževnatosti, Youngova modulu pružnosti, pevnosti a poměrného prodloužení na mezi kluzu. Získané soubory dat, které jsou přílohou této práce, byly ověřeny pomocí metodiky EDA. Sledována byla normalita dat a přítomnost případných odlehčích hodnot. Na základě statistického vyhodnocení dat byly stanoveny odhady aritmetických průměrů a směrodatných odchylek sledovaných vlastností. Pomocí variačního koeficientu byla ověřena věrohodnost těchto odhadů.

Schopnost směsi vykazovat požadované hodnoty byla posuzována pomocí metody testování hypotéz. Na základě tohoto testu byl vyhovující návrh směsi č.7. Jako vhodný se jevil také návrh č.8, kde však nebylo možné na základě získaných dat prokázat, zda je tato směs schopna splnit všechna požadovaná kritéria. Ostatní návrhy byly pro účely této práce nevhodné. Testováním hypotéz je prokázáno, že receptura směsi č.7 dosahuje požadovaných vlastností a je vhodná pro výrobu přepravky.

Tato receptura byla doporučena pro použití na výrobní lince, kde byl materiál podroben výrobní zkoušce vstřikování. Po odebrání vzorku směsi ze sila recyklační linky byly provedeny vybrané materiálové i fyzikálně mechanické zkoušky. Statistické vyhodnocení prokazuje schopnost směsi připravené na výrobní lince splnit zadané požadavky. Po ověření vlastností výrobní směsi byla zhotovena technická dokumentace recyklátu a je možné zahájení výroby přepravek.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] DRGA, Tomáš. *Technologické řešení vstřikovacích nástrojů s orientací na polymerní materiály: Technological solution of injection molds with concentration on polymeric materials* : zkrácená verze Ph.D. Thesis. [Brno: Vysoké učení technické v Brně], c2007. ISBN 978-80-214-3488-2.
- [2] KUTA, Antonín. *Technologie a zařízení pro zpracovávání kaučuků a plastů*. Praha: VŠCHT, 1999. ISBN 80-7080-367-3.
- [3] ŠENKEŘÍK, Vojtěch. *Vliv přípravy recyklátu na vlastnosti výrobku*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2010, 154 s. Dostupné také z: <http://hdl.handle.net/10563/37249>. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Fakulta technologická, Ústav výrobního inženýrství. Vedoucí práce Staněk, Michal.
- [4] ZEMAN, Lubomír. *Vstřikování plastů: úvod do vstřikování termoplastů*. Praha: BEN – technická literatura, 2009. ISBN 978-80-7300-250-3.
- [5] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymerы: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1995. ISBN 80-7080-241-3.
- [6] MENGES, Georg, MOHREN, Paul. *How to Make Injection Molds*. 2nd edition. München, Wien : Carl Hanser Verlag, 1993. 558 s. ISBN 1-56990-062-0.
- [7] BRYCE, Douglas M. *Plastic injection molding: manufacturing process fundamentals*. Dearborn, Mich.: Society of Manufacturing Engineers, c1996. ISBN 978-0872634725.
- [8] LAPČÍK, Lubomír a Miroslav RAAB. *Nauka o materiálech II*. Vyd. 2., rozš. Zlín: Univerzita Tomáše Bati, 2004. ISBN 80-7318-229-7.
- [9] BAYER. *Chyby při vstřikování plastů: Vady, možné příčiny a jejich odstraňování* [pdf]. Tábor: Bayer Material Science. 2007.
- [10] NEUHÄUSL, Emil. *Vady výstříků - 1. díl: Příčiny vzniku vad a studené spoje*. *MM Průmyslové spektrum*. 2010, č. 53 s. 58. ISSN 1212-2572.
- [11] NEUHÄUSL, Emil. *Vady výstříků - 3. díl: Vady vzhledové*. *MM Průmyslové spektrum*. 2010, č. 5, s. 49. ISSN 1212-2572.
- [12] NEUHÄUSL, Emil. *Snížení rizika vzniku vad při vstřikování plastových dílů*. *MM Průmyslové spektrum*. 2014, č. 3 (monotematická příloha), s. IV-VII. ISSN 1212-2572.
- [13] LENFELD, Petr. *Technologie II*. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2005. ISBN 9788073720377.

- [14] MAŇAS, Miroslav, Michal STANĚK a David MAŇAS. *Výrobní stroje a zařízení*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2007. ISBN 978-80-7318-596-1.
- [15] BĚHÁLEK, Luboš. *Polymery*. Ph.D., SOU Svitavy 2015. ISBN: 978-80-8058-68-7.
- [16] MLEZIVA, Josef. *Polymery-výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. přepr. vyd. Praha: Sobotáles, 2000. ISBN 8085920727.
- [17] KRATOCHVÍL, Bohumil, Václav ŠVORČÍK a Dalibor VOJTĚCH. *Úvod do studia materiálů*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2005. ISBN 80-7080-568-4.
- [18] VOLKER ABETZ [ET AL.]. *Encyclopedia of polymer science and technology*. Wird aktualisiert. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, 2005. ISBN 9780471440260.
- [19] LIPTÁKOVÁ, Tatiana, Pavol ALEXY et al. *Polymérne konstrukčné materiály*. Žilina: ŽU v Žilině, 2012, 189 s. ISBN 978-80-554-0505-6.
- [20] SIKORA, Antonín, Zdeněk HORÁK, Ivan FORTELNÝ, Drahomíra HLAVATÁ a Jan KOLAŘÍK. Polymerní směsi. V. Komercně významné typy. *Plasty a kaučuk*. 2006, vol. 43, iss. 9-10, s. 11-14. ISSN 0322-7340.
- [21] GOODSHIP, Vanessa. *Introduction to plastics recycling*. 2nd ed. Shrewsbury: Smithers Rapra Technology, 2007. ISBN 978-1-84735-085-5.
- [22] KREBS, Josef. *Teorie zpracování nekovových materiálů*. Vyd. 3. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2006. ISBN 80-7372-133-3.
- [23] KIZLINK, Juraj. *Nakládání s odpady*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2007. ISBN 978-80-214-3348-9.
- [24] KEPÁK, František. *Průmyslové odpady*. Ústí nad Labem: Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Fakulta životního prostředí, 2005. ISBN 80-7044-709-5.
- [25] KUDLÁČEK, Ivan. *Ekologie průmyslu*. Vyd. 2. přeprac. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2002. ISBN 8001024954.
- [26] KUČEROVÁ, Eva. *Elektrotechnické materiály*. Plzeň: Západočeská univerzita, 2002. ISBN 80-7082-940-0.
- [27] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2., opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 8072042831.
- [28] HORÁČEK, Jaroslav. *Nauka o materiálu*. Praha: Česká zemědělská univerzita, 2000. ISBN 80-213-0397-2.

- [29] SOVA, Miloš, Josef KREBS a kol. *Termoplasty v praxi*. Praha: Dashöfer, 1999-2004. ISBN 80-86229-15-7.
- [30] ČSN EN ISO 527-1: 2012. *Plasty – Stanovení tahových vlastností – Část 1: Obecné principy*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2012.
- [31] RYBNÍKÁŘ, František. *Analýza a zkoušení plastických hmot*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1968, 418 s. Řada chemické literatury
- [32] ČSN EN ISO 179-1: 2010 *Plasty – Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy – Část 1: Neinstrumentovaná rázová zkouška*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2010.
- [33] ČSN EN ISO 3451-1: 2008 *Plasty – Stanovení popela – Část 1: Všeobecné metody*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2008.
- [34] ČSN EN ISO 19069-2: 2016 *Plasty – Materiály z polypropylenu (PP) pro tváření – Část 2: Příprava zkušebních těles a stanovení vlastností*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2016.
- [35] ČSN EN ISO 294-1: 2018 *Plasty – Vstřikování zkušebních těles z termoplastů – Část 1: Obecné principy a vstřikování víceúčelových zkušebních těles a zkušebních těles tvaru pravoúhlého hranolu*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2018.
- [36] ČSN EN ISO 2818: 1996 *Plasty – Příprava zkušebních těles obráběním*. Praha: Český normalizační institut, 1996.
- [37] ČSN EN ISO 1133-1: 2012 *Plasty – Stanovení hmotnostního (MFR) a objemového (MVR) indexu toku taveniny termoplastů – Část 1: Standardní metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2012.
- [38] ČSN EN ISO 1183-1: 2013 *Plasty- Metody stanovení hustoty nelehčených plastů – Část 1: Imerzní metoda, metoda s kapalinovým pyknometrem a titrační metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2013.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

resp.	respektive
tzv.	takzvaně
popř.	popřípadě
např.	například
WIT	technologie vstřikování s podporou vody
GIT	technologie vstřikování s podporou plynu
GIM	technologie vysokotlakého vstřikování s podporou plynu
PE	polypropylen
PP	polyisobutylen
PIB	polyisobutylen
PVC	polyvinylchlorid
PE-HD	vysoko hustotní polyetylen
PE-LD	nízko hustotní polyetylen
PE-X	zesíťovaný polyetylen
PE-UHMW	polyetylen s maximální molekulovou hmotností
TVI	Tomasetti's Volatile Indicator
ITT	index toku taveniny
DSC	diferenciální skenovací kalorimetrie
XRF	fluorescenční rentgenová spektroskopie
MFR	hmotnostní index toku taveniny
MVR	objemový index toku taveniny
EDA	průzkumová analýza dat
Tg	teplota skelného přechodu [°C]
σ_T	smluvní napětí [MPa]

F	zatěžující síla [N]
S_0	původní hodnota průřezu [m^2]
ε_L	deformace v tahu [1]
ε	poměrné prodloužení [1]
K	součinitel úměrnosti [
E	modul pružnosti tahu [MPa]
E_p	pohybová energie [J]
m	hmotnost [kg]
g	gravitační rychlení [m/s^2]
h_1	výška polohy kladiva před uvolněním [m]
h_2	výška polohy kladiva po přeražení [m]
A_N	spotřebovaná práce na přeražení [J]
a_k	rázová houževnatost [$J.cm^{-2}$]
S	plocha průřezu [cm^2]

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Schéma vstřikovacího cyklu [2]	12
Obr. 2 Kruhový diagram vstřikovacího cyklu	16
Obr. 3 Příklad tokových čar (vlevo) a vzduchových bublin (vpravo) [5].....	16
Obr. 4 Příklad vzniklých vad – přetoky (vlevo) a propadliny (vpravo) [10]....	18
Obr. 5 Závislost účinnosti plastifikace na teplotě [5].....	21
Obr. 6 Schéma dvouvláce se znázorněným průběhem tlaku [13].....	22
Obr. 7 Nejčastěji používané pigmenty k dobarvování plastů [17]	23
Obr. 8 Průhlednost po použití organických barviv [15]	24
Obr. 9 Zátka vyráběná pomocí nadouvaného materiálu [17]	24
Obr. 10 Přírodní uhličitan vápenatý a talek [16]	26
Obr. 11 Schéma dvouramenné míchačky [5].....	27
Obr. 12 Planetová míchačka [13]	28
Obr. 13 Sušicí jednotka násypky [5].....	31
Obr. 14 Ověření zbavení se vlhkosti metodikou TVI od firmy Bayer [15].....	34
Obr. 15 Příklad halogenového analyzátoru [15].....	34
Obr. 16 Schéma recyklačního cyklu [26]	39
Obr. 17 Základní typy tahových diagramů polymerních materiálů [30]	41
Obr. 18 Ruční analyzátor těžkých kovů BAS Delta XRF	48
Obr. 19 Vstřikovací stroj a konstrukční řešení vícenásobné formy.....	49
Obr. 20 Měření teploty taveniny pomocí teploměru Testo	50
Obr. 21 Ruční vrubovací zařízení Instron	51
Obr. 22 Hotová zkušební tělesa	51
Obr. 23 Digitální třmenové mikrometry Mitutoyo	52
Obr. 24 Laboratorní předvážky a analytické váhy Radwag.....	53
Obr. 25 Vzorky umístěné do topného hnázda LTHS 50	54
Obr. 26 Analytické váhy pro stanovení hustoty	54
Obr. 27 Charpyho kladivo CEAST Instron 9050	55
Obr. 28 Univerzální zkušební zařízení CEAST Instron 3366	56
Obr. 29 Plastometr LMI 5000.....	57
Obr. 30 Graf časové řady hodnot vrubové houževnatosti suroviny P025	59
Obr. 31 Grafický sumář vrubové houževnatosti pro materiál P025	60
Obr. 32 Histogram pro hodnoty vrubové houževnatosti suroviny P025	61

Obr. 33 Srovnání hodnot vrubové houževnatosti u navržených směsí.....	64
Obr. 34 Srovnání hodnot modulu pružnosti u navržených směsí	65
Obr. 35 Srovnání hodnot pevnosti na mezi kluzu.....	66
Obr. 36 Srovnání hodnot poměrného prodloužení na mezi kluzu	67
Obr. 37 Přepravka zhotovená na výrobní lince s použitím směsi č.7	71
Obr. 38 Výsledek zkoušky DSC vzorku výrobní směsi	72

SEZNAM TABULEK

Tab. 1 Základní vlastnosti vybraných typů polyetylenu [5]	13
Tab. 2 Vlastnosti v závislosti na prostorovém uspořádání [5].....	14
Tab. 3 Typické vlastnosti polypropylenu [5].....	15
Tab. 4 Hodnoty obsahu vlhkosti v závislosti na ročním období [13]	29
Tab. 5 Doporučené doby sušení pro vybrané materiály [19].....	31
Tab. 6 Požadované hodnoty aritmetických průměrů	45
Tab. 7 Limitní hodnoty obsahu těžkých kovů a vybraných prvků	45
Tab. 8 Popis a značení použitých surovin.....	46
Tab. 9 Procesní podmínky vstřikování pro jednotlivé typy regranulátů.....	49
Tab. 10 Obsah vybraných prvků druhotných surovin.....	58
Tab. 11 Materiálové vlastnosti druhotných surovin	59
Tab. 12 Výsledky mechanických zkoušek druhotných surovin	62
Tab. 13 Předložené návrhy směsí	63
Tab. 14 Porovnání dat vrubové houževnatosti pomocí testu hypotéz	65
Tab. 15 Porovnání dat modulu pružnosti pomocí testu hypotéz.....	65
Tab. 16 Porovnání dat pevnosti na mezi kluzu pomocí testu hypotéz.....	66
Tab. 17 Porovnání dat pevnosti na mezi kluzu pomocí testu hypotéz.....	67
Tab. 18 Výsledky mechanických zkoušek navržených receptur směsi	68
Tab. 19 Souhrn vykazovaných vlastností výrobní směsi.....	69
Tab. 20 Ověření splnění požadovaných hodnot u směsi z výroby	70

SEZNAM PŘÍLOH

PŘÍLOHA I. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO P025

PŘÍLOHA II. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO P045

PŘÍLOHA III. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO BIAX

PŘÍLOHA IV. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO ONTI

PŘÍLOHA V. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.1

PŘÍLOHA VI. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.2

PŘÍLOHA VII. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.3

PŘÍLOHA VIII. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.4

PŘÍLOHA IX. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.5

PŘÍLOHA X. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.6

PŘÍLOHA XI. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.7

PŘÍLOHA XII. – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO SMĚS Č.8

PŘÍLOHA XIII. – NAMĚŘENÉ HODNOTY – VÝROBNÍ SMĚS

PŘÍLOHA XIV. - HODNOTY – MATERIÁLOVÉ VLASTNOSTI

PŘÍLOHA P I: NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO P025

Tab. 1 Hodnoty ke zkoušce vrubové houževnatosti

Číslo měření [1]	Šířka [mm]	Tloušťka [mm]	Energie [J]	Vrub. houževnatost [kJ/m ²]
1.	8,063	3,982	0,158	4,930
2.	8,079	3,982	0,181	5,617
3.	8,069	3,982	0,164	5,110
4.	8,057	3,981	0,158	4,935
5.	8,004	3,981	0,208	6,091
6.	8,050	3,981	0,188	5,879
7.	8,069	3,981	0,174	5,426
8.	7,991	3,981	0,174	5,457
9.	7,993	3,982	0,154	4,832
10.	7,987	3,982	0,178	5,603
Průměr	8,036	3,981	0,174	5,388
Směrodatná odchylka	0,038	0,001	0,016	0,427

Tab. 2 Hodnoty k tahové zkoušce – modul pružnosti

Číslo měření [1]	Šířka [mm]	Tloušťka [mm]	Délka [mm]	Youngův modul pružnosti [MPa]
1.	9,92	3,98	80	1022
2.	9,92	3,98	80	1020
3.	9,92	3,98	80	1027
4.	9,92	3,98	80	1017
5.	9,92	3,98	80	1027
Průměr	9,92	3,98	80	1022,6
Směrodatná odchylka	0,000	0,000	0,000	4,400

Tab. 3 Hodnoty k tahové zkoušce – pevnost na mezi kluzu

Číslo měření [1]	Šířka [mm]	Tloušťka [mm]	Délka [mm]	Pevnost na mezi kluzu [MPa]	Poměrné prodl. na mezi kluzu [%]	Pevnost v tahu [MPa]
1.	9,92	3,98	80	16,8	12,1	16,8
2.	9,92	3,98	80	16,7	12,1	16,7
3.	9,92	3,98	80	16,6	12,2	16,6
4.	9,92	3,98	80	16,7	12,0	16,7
5.	9,92	3,98	80	16,7	12,1	16,7
Průměr	9,92	3,98	80	16,7	12,1	16,7
Směrodatná odchylka	0,000	0,000	0,000	0,071	0,071	0,071

PŘÍLOHA P III: NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO BIAX

Tab. 1 Hodnoty ke zkoušce vrubové houževnatosti

Číslo měření [1]	Šířka [mm]	Tloušťka [mm]	Energie [J]	Vrub. houževnatost [kJ/m ²]
1.	8,086	4,010	0,101	3,106
2.	8,085	4,011	0,099	3,040
3.	8,082	4,010	0,087	2,881
4.	8,075	4,011	0,096	2,952
5.	8,054	4,013	0,102	3,153
6.	8,080	4,011	0,087	2,875
7.	8,079	4,010	0,102	3,158
8.	8,091	4,010	0,100	3,067
9.	8,082	4,012	0,099	3,056
10.	8,081	4,012	0,094	2,906
Průměr	8,079	4,011	0,097	3,019
Směrodatná odchylka	0,010	0,001	0,006	0,108

Tab. 2 Hodnoty k tahové zkoušce – modul pružnosti

Číslo měření [1]	Šířka [mm]	Tloušťka [mm]	Délka [mm]	Youngův modul pružnosti [MPa]
1.	9,91	4,01	80	1205
2.	9,91	4,01	80	1224
3.	9,91	4,01	80	1013
4.	9,91	4,01	80	1162
5.	9,91	4,01	80	1242
Průměr	9,91	4,01	80	1189
Směrodatná odchylka	0,000	0,000	0,000	51,900

Tab. 3 Hodnoty k tahové zkoušce – pevnost na mezi kluzu

Číslo měření [1]	Šířka [mm]	Tloušťka [mm]	Délka [mm]	Pevnost na mezi kluzu [MPa]	Poměrné prodl. na mezi kluzu [%]	Pevnost v tahu [MPa]
1.	9,91	4,00	80	28,1	10,6	28,1
2.	9,91	4,00	80	28,1	10,7	28,1
3.	9,91	4,00	80	28,4	10,7	28,4
4.	9,91	4,00	80	28,2	10,6	28,4
5.	9,91	4,00	80	28,4	10,8	28,4
Průměr	9,91	4,00	80	28,3	10,7	28,3
Směrodatná odchylka	0,000	0,000	0,000	0,152	0,084	0,164

